

# 2023 年自行监测方案

单位名称： 山西诺成制药有限公司

编制时间： 2023年1月1日

# 目 录

一、排污单位概况 .....	1
(一) 排污单位基本情况介绍 .....	1
(二) 生产工艺简述 .....	3
(三) 污染物产生、治理和排放情况 .....	30
二、排污单位自行监测开展情况 .....	41
(一) 自行监测方案编制依据 .....	41
(二) 监测手段和开展方式 .....	42
(三) 自动监测情况 .....	42
三、监测内容 .....	43
(一) 大气污染物排放监测 .....	43
(二) 水污染物排放监测 .....	49
(三) 厂界噪声监测 .....	52
(四) 土壤环境质量监测 .....	52
(五) 排污单位周边环境质量监测 .....	52
四、自行监测质量控制 .....	56
(一) 手工监测质量控制 .....	56
(二) 自动监测质量控制 .....	58
五、执行标准 .....	58

## 一、排污单位概况

### (一) 排污单位基本情况介绍

#### 1、企业基本情况

地理位置：山西诺成制药有限公司位于怀仁经济技术开发区医药园内，地理坐标：东经 113.1033609°，北纬 39.5036710°，诺成制药厂区西距新发村 1.11km，厂区东距鹅毛河 0.7km，厂区四周均为园区主干道，交通方便。

占地面积：250 亩（196597.93m<sup>2</sup>）。

职工人数：226 人。

行业类别：C2710 化学药品原料药制造、C2720 化学药品制剂制造。

污染类别：主要污染类别是原料药生产过程产生的废气、废水、固体废物等污染物。

主要产品名称：大容量注射液、小容量注射液、苄甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酰亚胺酯（FMOC-OSU）、N-苄甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）（Fmoc-Tyr（tBu）-OH）、西咪替丁。

生产规模：年产 3000 万瓶大容量注射液、年产 5000 万支小容量注射液、年产 120 吨苄甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酰亚胺酯（FMOC-OSU）、年产 6 吨 N-苄甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）（Fmoc-Tyr（tBu）-OH）、年产 8 吨西咪替丁。

设计生产能力：年产 3000 万瓶大容量注射液、年产 5000 万支小容量注射液、年产 120 吨苄甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酰亚胺酯

(FMOC-OSU)、年产 6 吨 N-苄氧羰基-酪氨酸(叔丁醚)(Fmoc-Tyr (tBu) -OH)、年产 8 吨西咪替丁。

实际生产能力：年产 3000 万瓶大容量注射液、年产 5000 万支小容量注射液、年产 60 吨苄氧羰基-N-羟基琥珀酸酰亚胺酯 (FMOC-OSU)、年产 3 吨 N-苄氧羰基-酪氨酸(叔丁醚)(Fmoc-Tyr (tBu) -OH)、年产 4 吨西咪替丁。

## 2、企业环保手续履行情况

山西诺成制药有限公司共有三个生产系统，其中大容量注射液生产线 3 条、小容量注射液生产线 2 条、原料药生产线 1 条。《山西诺成制药有限公司大、小容量注射液等生产线新建项目环境影响报告表》于 2008 年 12 月编制完成，原朔州市环保局以“朔环函[2008]204 号”文，对该项目环评文件予以批复；2011 年 11 月该项目进行了竣工验收，怀仁县环保局以“怀环函[2012]115 号”文给予批复。

《山西诺成制药有限公司新建年产 20 吨甘氨酸-谷氨酰胺、5 吨甘氨酸-酪氨酸原料药车间项目环境影响报告书》于 2016 年 12 月编制完成，原朔州市环境保护局以朔环审[2017]15 号文对该项目环评文件予以批复，由于市场原因该项目一直未生产，故未完成验收。

《山西诺成制药有限公司改扩建年产 2×63 吨氨基酸衍生物系列、年产 2×4 吨西咪替丁原料药产品生产线项目环境影响报告书》于 2021 年 3 月编制完成，朔州市行政审批服务管理局以朔审批函[2021]59 号文对该项目环评文件予以批复，尚未完成验收。

2018 年 10 月 26 日，山西诺成制药有限公司申领了排污许可证，

许可编号为：91140624688085590G001P。

目前，我公司环保设施均按照环评及批复要求建设完成。

## (二) 生产工艺简述

目前公司建设有生产线情况如下：

序号	生产线	建设情况	批复文号	监测方案适用范围
1	年产 3000 万瓶大容量注射液生产线三条	已建成，生产中	朔环函 [2008]204 号文	本次监测方案适用该生产线及其配套的公辅设施
2	年产 5000 万支小容量注射液生产线二条	已建成，生产中		
3	年产 5000 万支长春西汀玻璃安瓿小容量注射剂生产线一条	未建设	怀环函 [2015]224 号文	未建设，不适用
4	年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线一条	已建成，永久停产（该原料药一车间已被苄甲氧羰基-N-羧基琥珀酸酐亚胺酯（FMOC-OSU）、N-苄甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）（Fmoc-Tyr（tBu）-OH）、西咪替丁生产线替代占用）	朔环审 [2017]15 号文	已被其他生产线替代，不适用
5	年产 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线一条	已建成，永久停产（该原料药一车间已被苄甲氧羰基-N-羧基琥珀酸酐亚胺酯（FMOC-OSU）、N-苄甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）（Fmoc-Tyr（tBu）-OH）、西咪替丁生产线替代占用）	朔环审 [2017]15 号文	已被其他生产线替代，不适用
6	年产 120 吨苄甲氧羰基-N-羧基琥珀酸酐亚胺酯（FMOC-OSU）生产线两条	已建成一条年产 60 吨的生产线，位于原料药一车间，由于原料药二车间未建设，另一条年产 60 吨的生产线未建设	朔审批函 [2021]59 号文	本次监测方案适用已建成的一条生产线及其配套的公辅设施
7	年产 6 吨 N-苄甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）（Fmoc-Tyr（tBu）-OH）生产线两条	已建成一条年产 3 吨的生产线，位于原料药一车间，由于原料药二车间未建设，另一条年产 3 吨的生产线未建设	朔审批函 [2021]59 号文	本次监测方案适用已建成的一条生产线及其配套的公辅设施
8	年产 8 吨西咪替丁生产线两条	已建成一条年产 4 吨的生产线，位于原料药一车间，由于原料药二车间未建设，另一条年产 4 吨的生产线未建设	朔审批函 [2021]59 号文	本次监测方案适用已建成的一条生产线及其配套的公辅设施

## 1、大容量注射液生产工艺流程（正常生产）

### （1）原辅料的准备

依据批生产指令按照《生产车间领料标准管理程序》开票领取所需物料（原料、辅料、包装材料）。原、辅料在传递间除尘后，脱去外包装，按《物料传递标准操作程序》传入备料间。配药操作工认真核对品名、规格、批号、编号是否与生产品种相一致，数量是否准确，批号、编号是否与批生产指令相一致。

### （2）称料

在万级区域称量间开启捕尘装置操作。根据配制量按照《原、辅料称取标准操作程序》精确称取，称量结果必须经复核员核对，无误后准备投料。将剩余的原、辅料封口，贴上拆零物料封口签，放入备料间。

### （3）浓配

将称好的原料、辅料拿到浓配室。用适量注射用水将配制所需量的原料完全溶解后减压吸入浓配罐中。打开加压泵循环，合格后打开浓配罐出液口、稀配进液口，打入稀配。

### （4）稀配

补加注射用水至全量。开启加压泵循环。

### （5）灌装

药液进入灌装后 QA 检查可见异物，并联系生产线各工序做好生产准备。合格后，通知精洗操作人员输送输液瓶，并打开阀门开始灌装。进入灌装机的输液瓶灌药后灌装操作工及时调装量，调节不低于

标示量。QA 检查员在生产开始后,生产过程中及生产结束前对装量进行检查。

#### (6) 加塞

输液瓶通过绞龙进入加塞机。把没有加好胶塞的输液瓶及时拿出,拔起胶塞把瓶中的药液倒入药液回收桶中。

#### (7) 轧盖

操作工到铝盖存放处将所需铝盖领回到轧盖室指定位置,剔除变形铝盖。压好塞的输液瓶通过传送带到轧盖机进行轧盖程序操作。

#### (8) 灭菌

封好口的瓶子进入灭菌室。通过上瓶机将瓶子逐层推入灭菌车内。灭菌车推满后,把灭菌车通过地轨送入灭菌柜内。打开电脑记录仪,准确地输入灭菌程序。

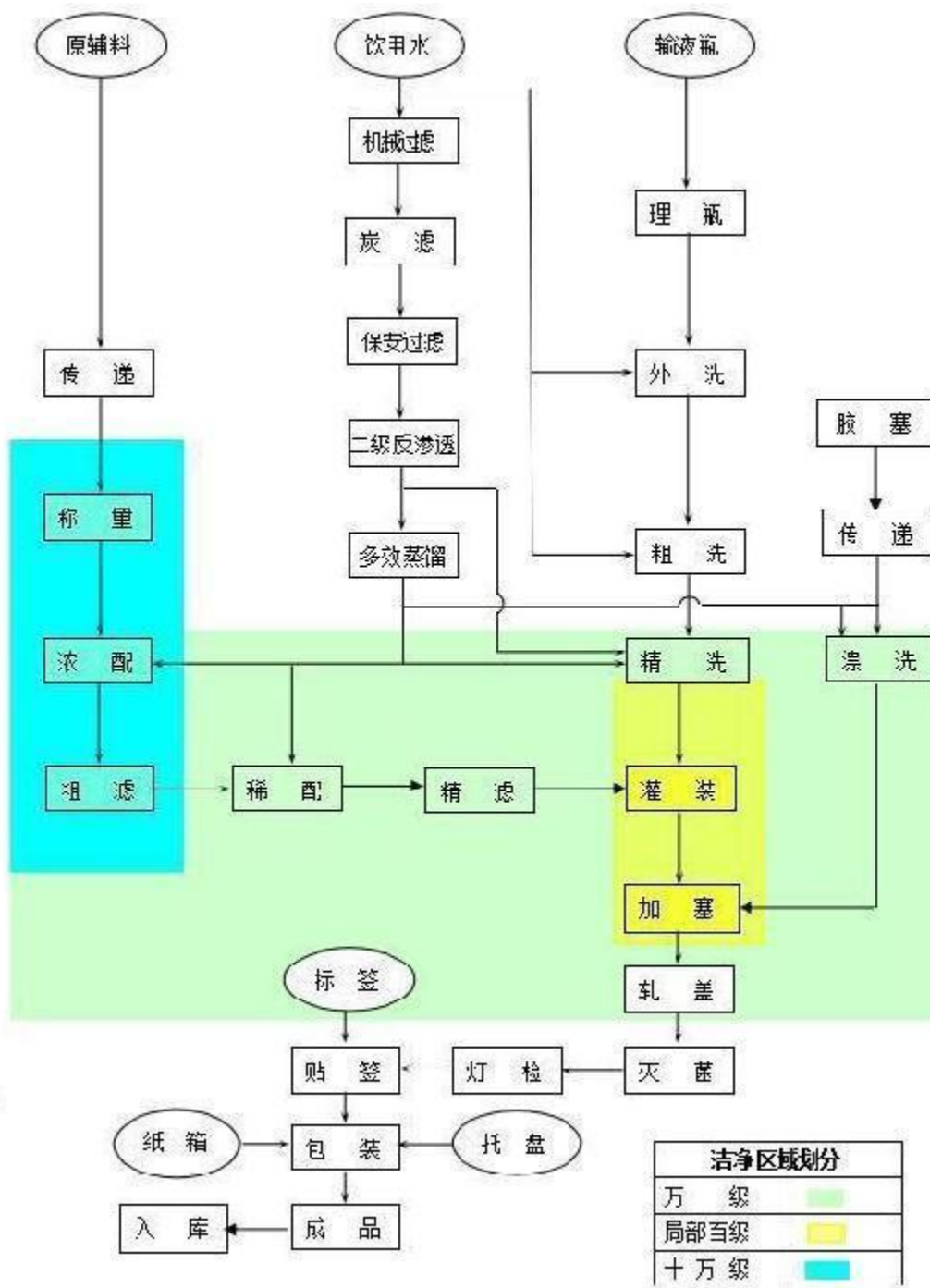


图1 大容量注射液生产工艺流程图

## 2、小容量注射液生产工艺流程（正常生产）

### (1) 原、辅料准备

将所领取的原辅料进入车间物料传递间。原、辅料在传递间除尘后，脱去外包装，按《物料传递标准操作程序》传入原辅料准备间。



核对无误后，将原辅料运到称量间，根据配制量按照《原辅料称量标准操作程序》精确称取所需量，并经两人核对，无误后准备投料。

### （2）配制过程

取配制量所需原辅料，用适量的注射用水完全溶解后，冷却至室温，用聚醚砜滤器过滤后减压吸入稀配罐内，然后用适量注射用水将桶内残余药液冲洗干净，吸入稀配罐内，重复两次，充入氮气。取适量注射用水冲洗浓配罐，开启循环泵，循环冲洗后打入稀配罐，重复两次。补加注射用水至全量，取样检查药液可见异物，合格后送入灌封。

### （3）灌封

检查终端过滤后药液，可见异物应合格。经终端过滤后的药液放入贮液瓶，在线清洗贮液瓶及药液分配管道，到可见异物合格为止。检查灌封条件（氮气、压缩空气、氢氧气）已具备，针头对位准确。执行《灌封机标准操作程序》启动灌封机，将装量调试合格后进行灌封，灌封过程中将不良品去除，按废弃物处理。将灌封合格品经传递窗，执行《传递窗使用标准管理程序》传出无菌室。

### （4）灭菌

将灌封传出的半成品按规定量装入灭菌柜内。检查压缩空气，纯化水、蒸气、色水条件应具备。打开电脑，输入以下程序：注水→升温→灭菌→排压→检漏→清洗（两次）→结束。灭菌结束后，将灭菌后的产品按柜次码放整齐，标明状态标志。

### （5）灯检

将灭菌后的产品，按柜次执行《灯检标准操作程序》进行灯检。

将合格品按柜次放入合格品存放间，不合格品按废弃物处理。

### (6) 包装

成品经检验合格后，包装入库。

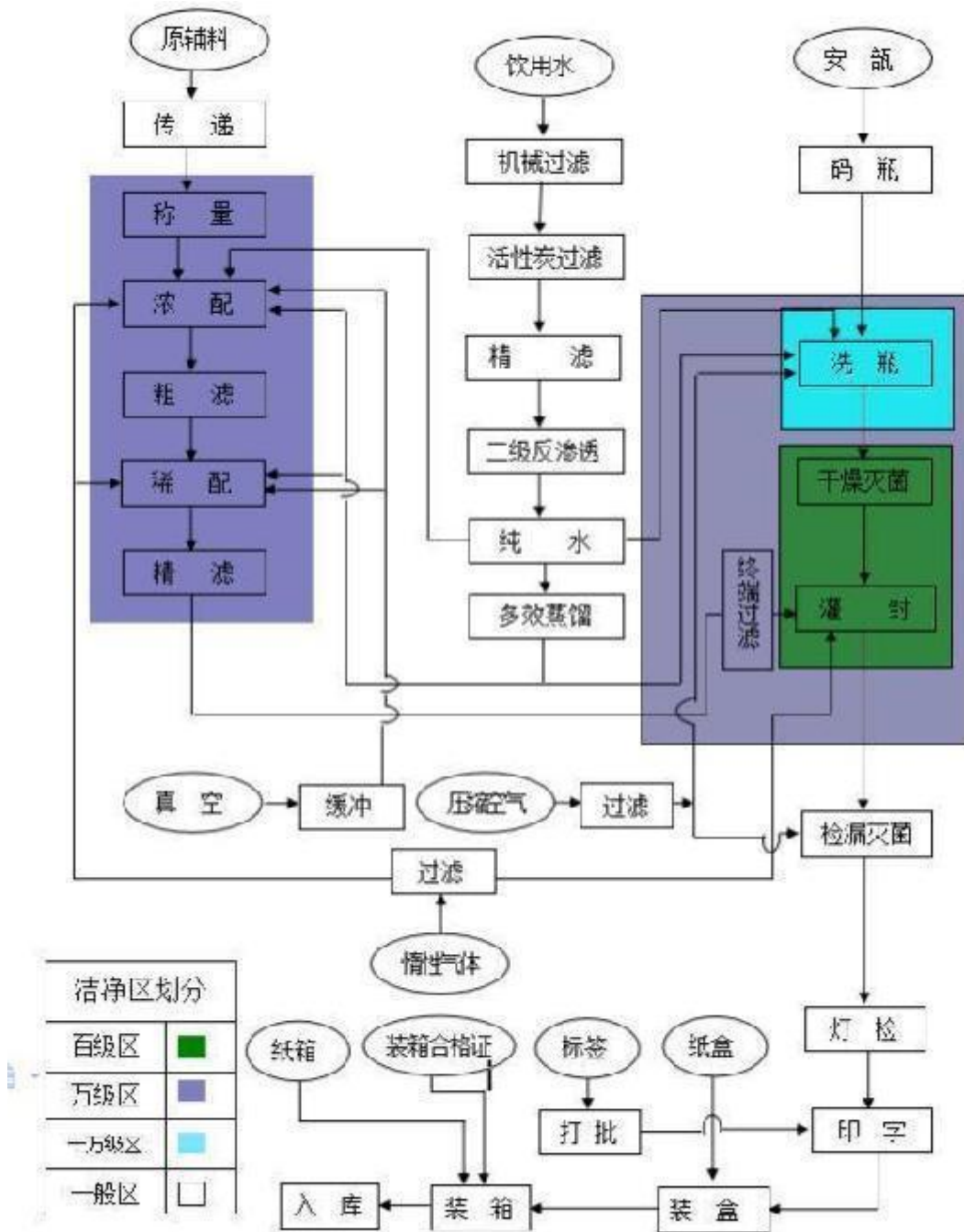


图2 容量注射液生产工艺流程图

### 3、芴甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酐亚胺酯 (FMOC-OSU) 生产工艺流程 (未生产, 正在办理排污许可证和竣工环境保护验收工作)

说明: 已建成一条生产线, 位于原料药一车间, 替代了位于原料药一车间年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线和年产 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线。

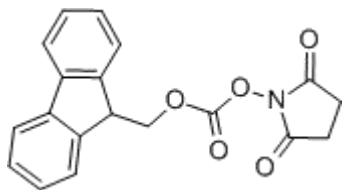
#### (1) 理化性质

中文名称: 芴甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酐亚胺酯

英文名称: FMOC-OSU

CAS 号: 82911-69-1

分子结构:



分子式:  $C_{19}H_{15}NO_5$

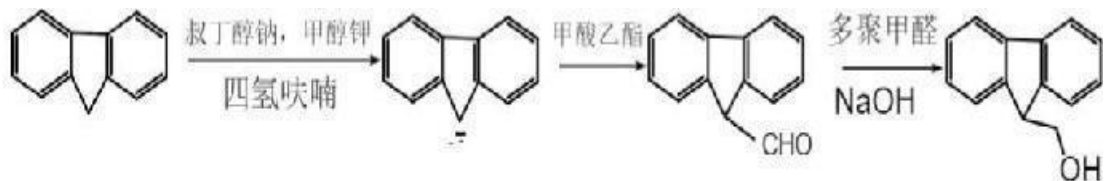
分子量: 337.33

理化性质: 白色或类白色结晶性粉末, 熔点 147-151°C。

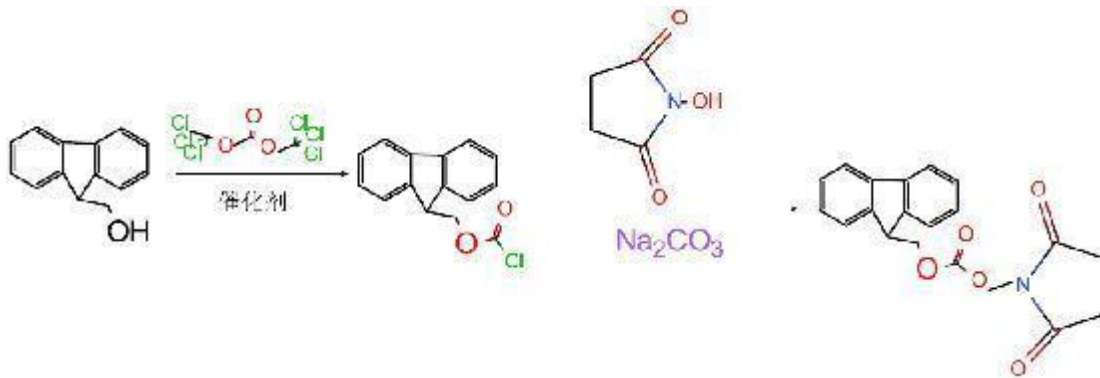
规格: 含量大于 99% 的固体结晶性粉末。

#### (2) 主要化学反应方程:

S2 的生产反应方程式:



FMOC-OSU 的生产反应方程式:



### (3) 生产工艺流程简述

#### ①S2 的制备

确认反应釜内温度低于  $15^{\circ}\text{C}$ 。加入 S1，加完开搅拌点动几下，防止搅拌被卡住，加完沉降粉尘 10 分钟。反应釜抽真空至少  $-0.08\text{Mpa}$ ，反应釜充氮气，要求压力处于表压  $0-0.1\text{Mpa}$ ；排出压力至略大于 0，反应釜抽再真空至不小于  $-0.08\text{Mpa}$ ；反应釜再充氮气至表压为 0，维持微充气状态。从加料漏斗加入甲醇钾，叔丁醇钠。加入四氢呋喃，加甲酸乙酯，滴加时间 4 小时，保持温度  $0-20^{\circ}\text{C}$ ，加完继续搅拌 4 小时。

向反应釜压入预先配好预先冷却至  $10-15^{\circ}\text{C}$  的  $10\%\text{NaOH}$  溶液，加完液碱，缓慢加入多聚甲醛，控温釜内部温度  $10-15^{\circ}\text{C}$ 。控温  $15-25^{\circ}\text{C}$ ，反应 24 小时。产品析出，离心过滤，自来水冲洗，洗去碱液。尽量甩干。

烘干： $60^{\circ}\text{C}$  鼓风干燥箱烘干至水分低于  $0.1\%$ 。

#### ②FMOC-OSU 的合成

确认反应反应釜干净，检查反应釜气密性，温度低于  $15^{\circ}\text{C}$ ，检查并保持尾气吸收通畅。

向 3000L 反应釜加入 S2，催化剂，用隔膜泵打入二氯甲烷；降温至 10°C。向另一反应釜加入二（三氯甲基）碳酸酯，盖好釜盖，用隔膜泵打入二氯甲烷，搅拌溶解。用隔膜泵分批将二（三氯甲基）碳酸酯溶液打到有 S2 的反应釜。加二（三氯甲基）碳酸酯溶液时（观察尾气），控制反应釜内物料温度处于 15-20°C，加料阶段每 20 分钟记录一次釜内温度。加完反应阶段每 1 小时记录 1 次釜内温度。1 天后 2 小时记录 1 次釜内温度。24 小时后取样检测 S2 是否反应完全，至反应残余低于 3%后停止反应。

反应结束后向反应釜缓慢加水。搅拌 12 小时。分去水层。

缓慢加入 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, HOSu。控制釜内温度 15-25°C，反应 12 小时。加水、10%盐酸调 Ph 值 3-4。500kg 水洗涤有机层 2-3 次，至 pH5-6。加入 15kg 活性炭搅拌 2 小时，用管式过滤器滤除活性炭，液体压入浓缩反应釜。常压回收二氯甲烷，开启回收管道，开冷凝器冷却，开加热，要求夹套温度 50-60°C。浓缩至产品大量析出，加入甲醇，搅拌 2 小时，冷却物料至 5°C离心过滤。

过滤后湿品进入制粒机制粒，制粒后 60°C烘干 12 小时。送检，合格包装。本项目 FMOC-OSU 生产工艺流程见图 3、图 4。

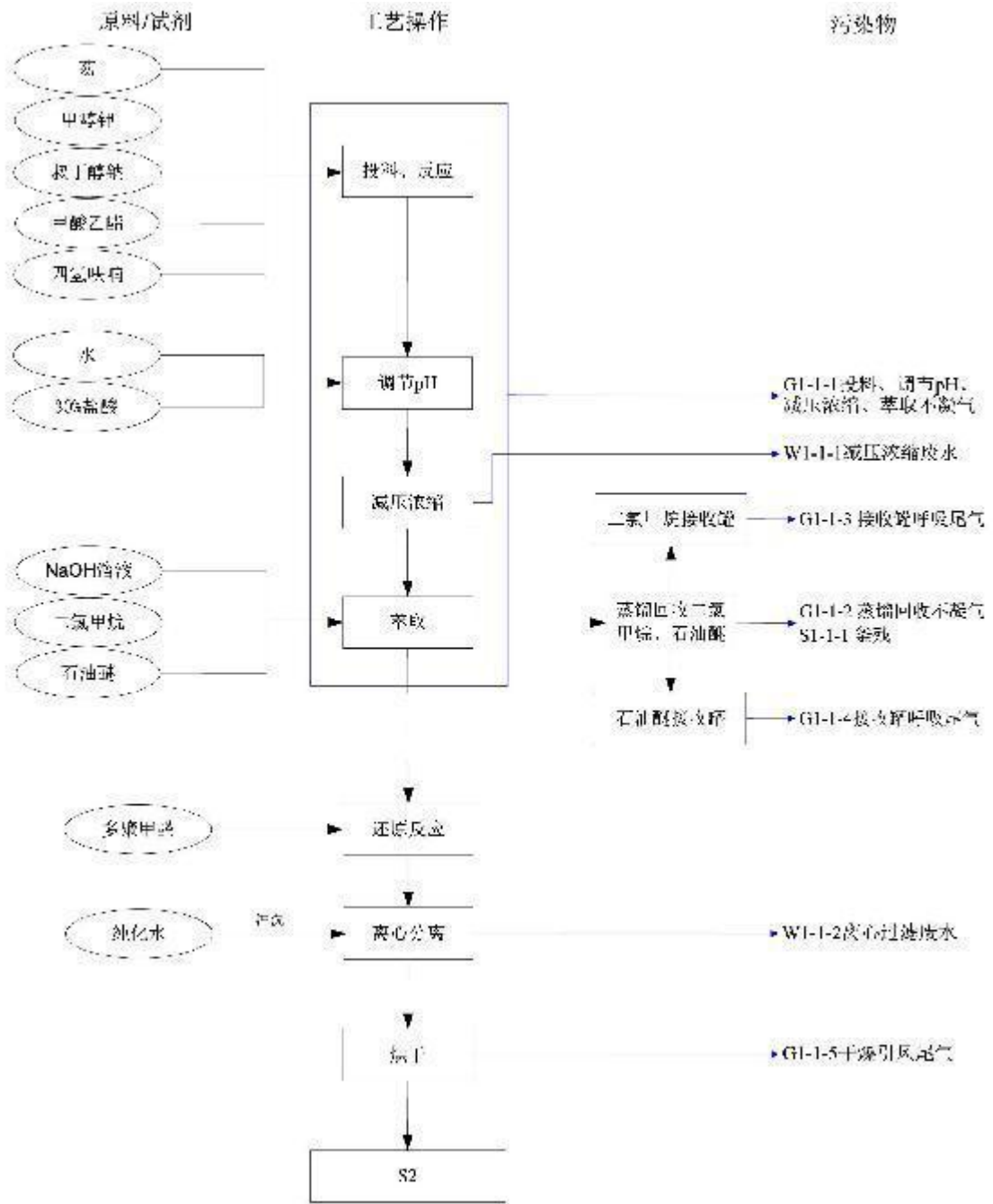


图 3 S2 的制备工艺流程图

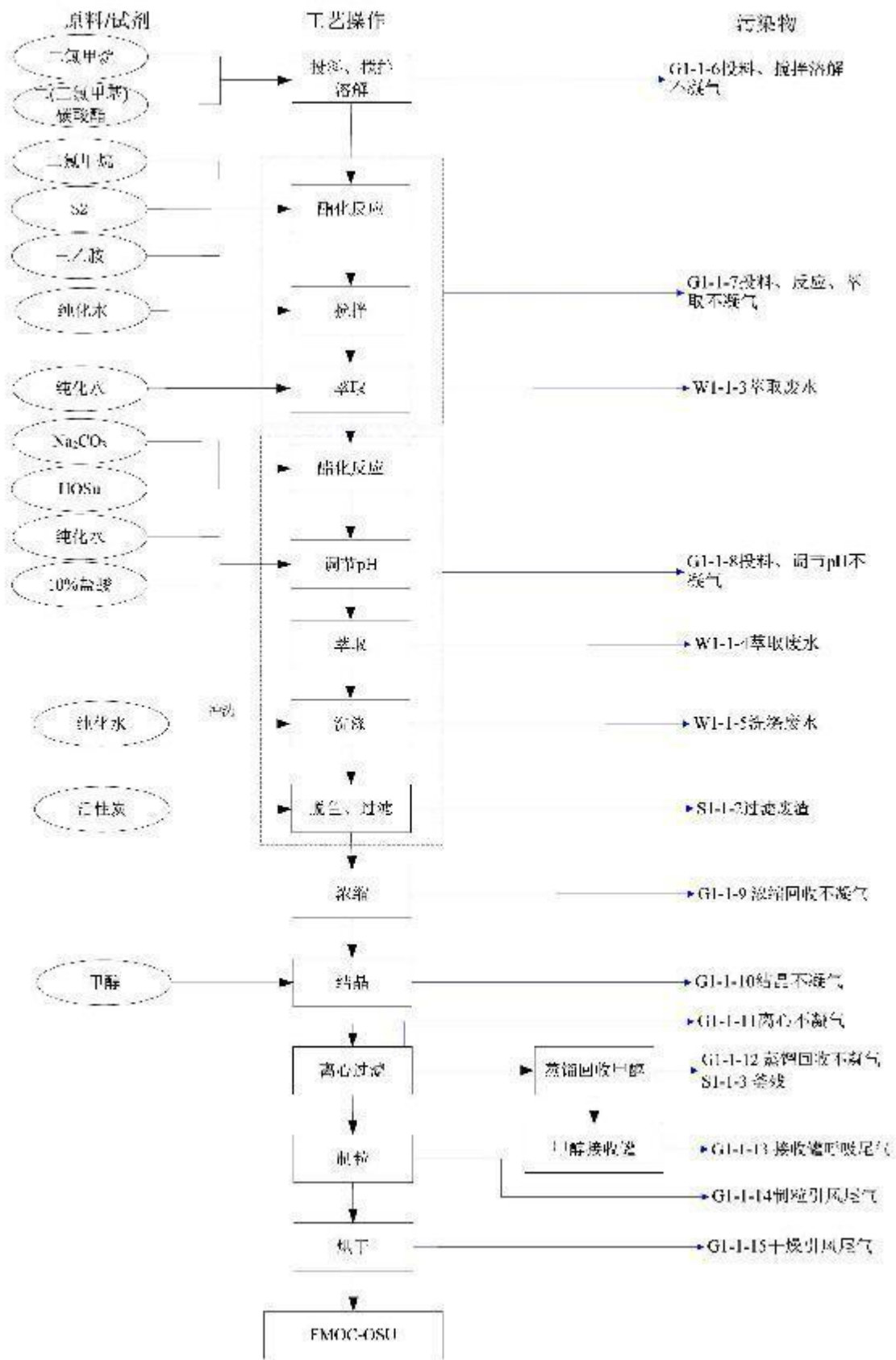


图 4 FMOC-OSU 的制备工艺流程图

#### 4、N-芴甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）（Fmoc-Tyr（tBu）-OH）

生产工艺流程（未生产，正在办理排污许可证和竣工环境保护验收工作）

说明：已建成一条生产线，位于原料药一车间，替代了位于原料药一车间年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线和年产 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线。

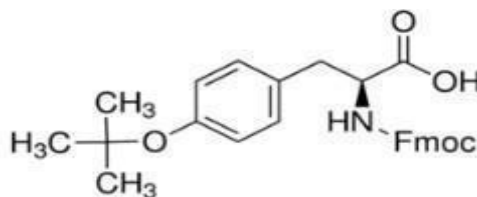
##### （1）理化性质

中文名称：N-芴甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）

英文名称：Fmoc-Tyr（tBu）-OH

CAS 号：71989-38-3

分子结构：



分子式：C<sub>28</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>5</sub>

分子量：459.53

理化性质：白色结晶性粉末，熔点 145-155°C。规格：含量大于 97% 的固体结晶性粉末。

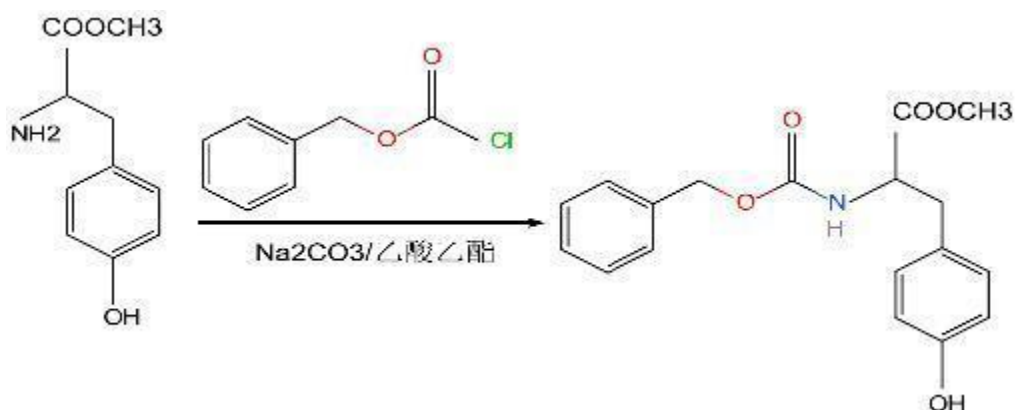
##### （2）主要化学反应方程：

###### ① Tyr.OMe.HCl 制备反应方程式

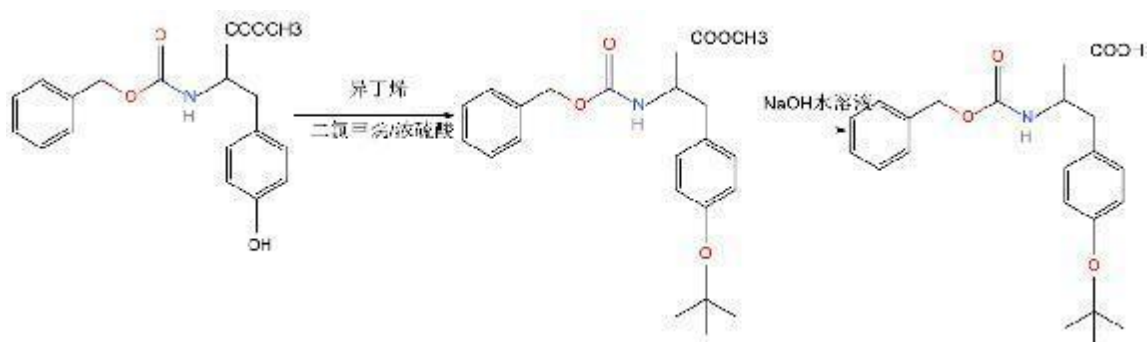




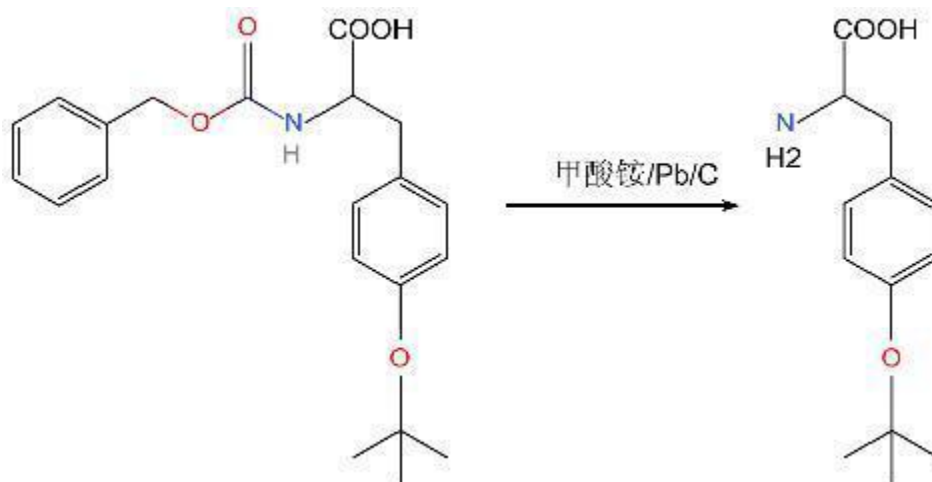
②Z-Tyr.OMe 的制备反应方程式



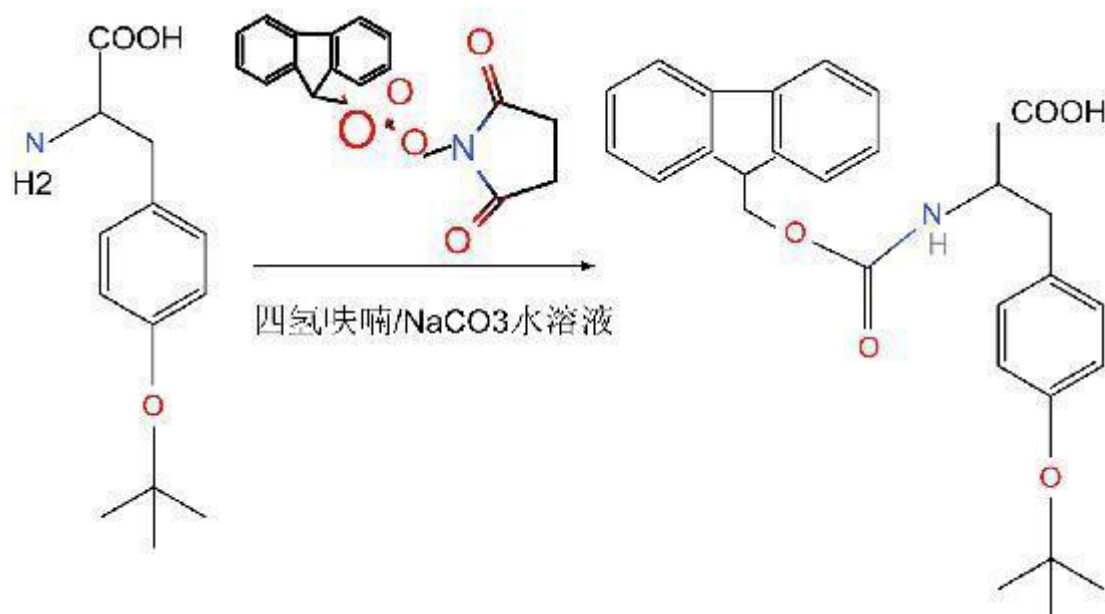
③Z-Tyr (tBu) (苄氧羰基酪氨酸叔丁醚) 的制备反应方程式



④Tyr (tBu) (酪氨酸叔丁醚) 的制备反应方程式



⑤Fmoc-Tyr (tBu) 的制备反应方程式



## (2) 主要工艺流程简述

### 1、Tyr.OMe.HCl 的制备

将 Tyr、甲醇加入反应釜(须有尾气吸收装置), 搅拌。滴加  $\text{SOCl}_2$ , 滴加时, 反应体系温度很高, 可达  $70-80^\circ\text{C}$ , 滴完夹套通  $60^\circ\text{C}$  搅拌 2 小时, 停止反应。滤出产品, 可用丙酮洗涤一次。母液浓干结晶, 过滤洗涤, 收率 97%。

做 Fmoc-Tyr (tBu) 可不必干燥, 取小样得到干燥失重后折算干重后直接投下步。

### 2、Z-Tyr.OMe 的制备

将 AcOEt、Tyr.OMe.HCl 加入 50L 反应釜, 搅拌, 加入  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  水 1000ml, 保持物料  $0-50^\circ\text{C}$ , 滴加 Z-Cl, 滴完保持  $0-50^\circ\text{C}$  2 小时, 自然升至室温反应, 再反应 12 小时, 基本反应完全, 结束反应。

向反应器中滴加 5NHCL, 调 PH 值至水层 3.0 左右, 此时有固体析出, 滤出固体 (产品+盐), (液体另行处理) 固体用水搅洗 2-3 次以除净盐, 残余固体为产品。液体分去水层, 产品在有机层, 有机

层用饱和食盐水洗至中性,加入无水 200kgNa<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥,浓缩成油状,加入 PET,稍加冷冻,产品析出,滤出。合并先前滤出固体产品,用 AcOEt/PET=1/10 反复洗涤至 Z-Cl 气味小时止,干燥。总收率 80-85%,展开剂, CHCl<sub>3</sub>/甲醇=6/1。

### 3、Z-Tyr (tBu) 的制备

向反应釜中加入 CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>,搅拌,滴入 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,滴完加入 Z-Tyr.OMe。密封反应釜,通入异丁烯,1 小时通完,此时釜内压力 1.0-1.5 个大气压,室温反应 2-3 天。

反应结束后,将反应液缓慢压入另一搅拌的反应釜(内有 NaOH 水溶液),剧烈搅拌,皂化至 Z-Tyr (tBu) .OMe 皂化完毕,皂化完后静置分层,产品在水中,水层用 AcOEt 提净产品上方杂质,水层用 HCl 调 pH 值 4.0 后改用柠檬酸水液调至 pH2.0-3.0,然后用饱和食盐水洗涤至水层 pH 值 4.0-5.0。向 AcOEt 层加入 AcOEt 体积 0.2-0.3 倍的丙酮(或乙醇)。有机层加水,先用稀 NaOH 调 PH8.0-9.0(水层),再用 1-3%的 NaOH 食盐水洗涤 Z-Ty (r 第一次水要多才能分层)。如此 Z-Tyr (tBu) 不会被洗下(或很少被洗下),方便操作,将 Z-Tyr 洗净。

洗涤到位后重新用柠檬酸水液调 pH 至 2.0-3.0,饱和食盐水洗涤至 pH 值至 4.0-5.0。按比例取小样浓干成油折算出产品干重,以便下一步计量。

### 4、Tyr (tBu) 的制备

3000L 反应釜中,加入 AcOEt/Z-Tyr (tBu)、Pb/C,通入 N<sub>2</sub> 至

1.5 个大气压，搅拌 5 分钟，泄去压力，再通 N<sub>2</sub>，如此置换空气 2-3 次后常温反应。TLC 检查，至反应完全。

将反应完全的反应液滤去 Pb/C，分去 AcOEt，产品在水中。用少许 AcOE 提 1 次杂质，下步备用。收率 90%以上，展开剂 CHCl<sub>3</sub>/甲醇=6/1。

### 5、Fmoc-Tyr (tBu) 的制备

①上步 Tyr (tBu) 混合液、Fmoc-Osu、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、AcOEt、H<sub>2</sub>O 混合，20-25°C 反应。

②TLC 检查，6 小时可以结束。尽量将 Tyr (tBu) ， Fmoc-Osu 反应干净。

后处理：

#### 1) 酸化、提产品

3N.HCl 调 PH4.0 后用改柠檬酸水液，调 PH2.0-3.0。AcOEt 提出产品，饱和 NaCl 水液洗至中性，无水 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 干燥后滤出。

2) 真空浓缩除去 AcOEt，加入 PET，产品结晶析出。如 Fmoc-Osu 未除尽可用 AcOEt/PET 重结晶，打浆搅洗等方法除去。

#### 3) 滤出产品，干燥。

收率 90%，展开剂：氯仿/甲醇/冰乙酸=20： 1： 0.4。本项目 FMOC-OSU 生产工艺流程见图 5、6、7、8、9。

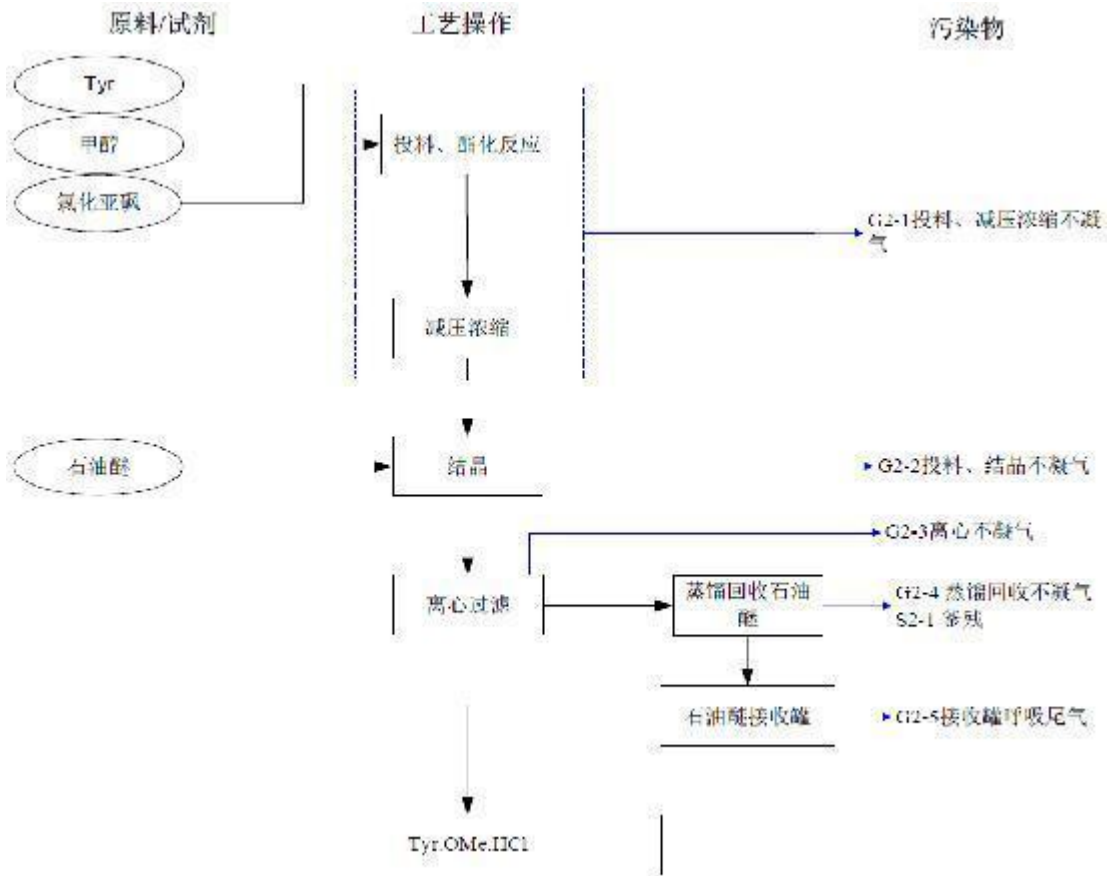


图 5 Tyr.OMe.HCl 的制备工艺流程图

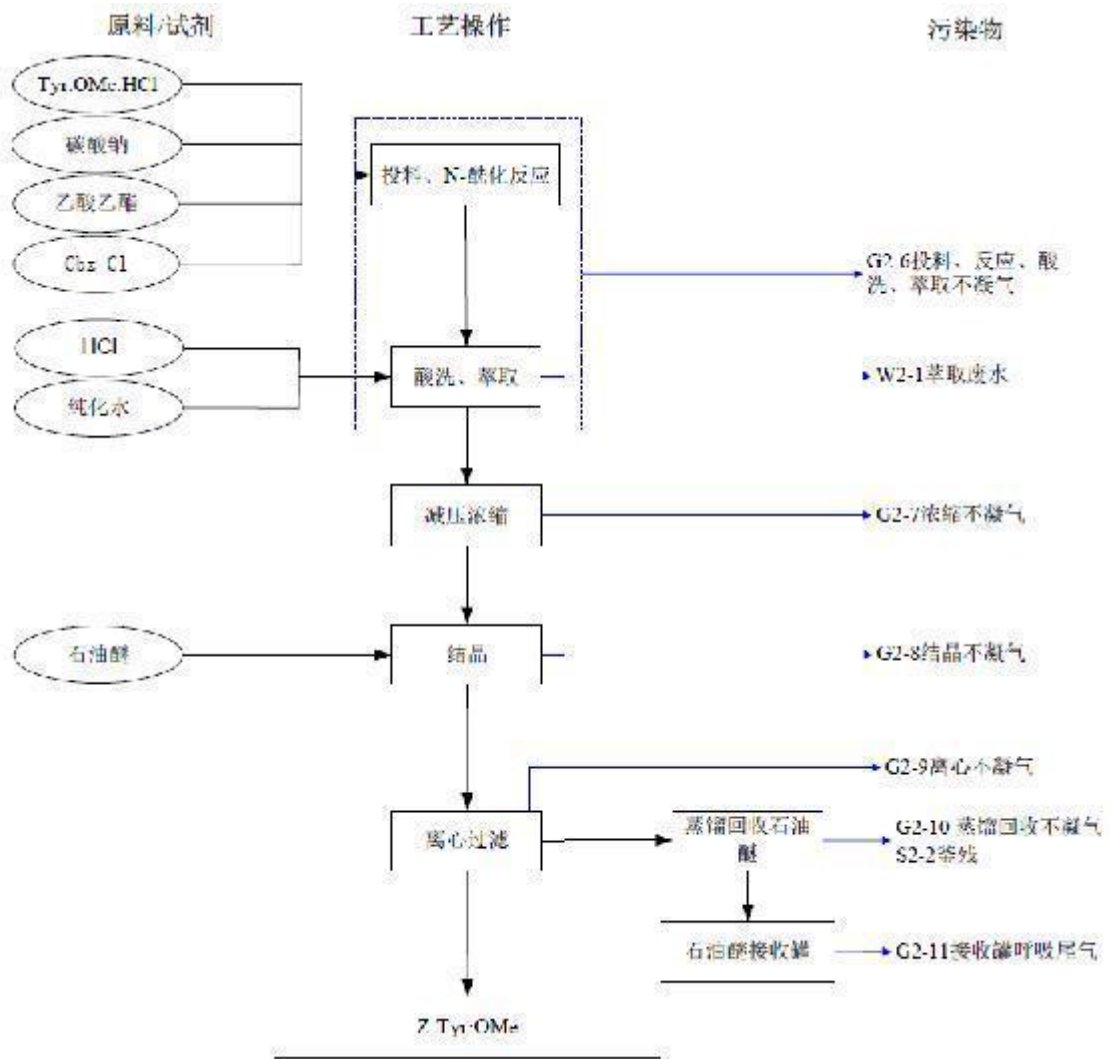


图 6 Z-Tyr.OMe 的制备工艺流程图

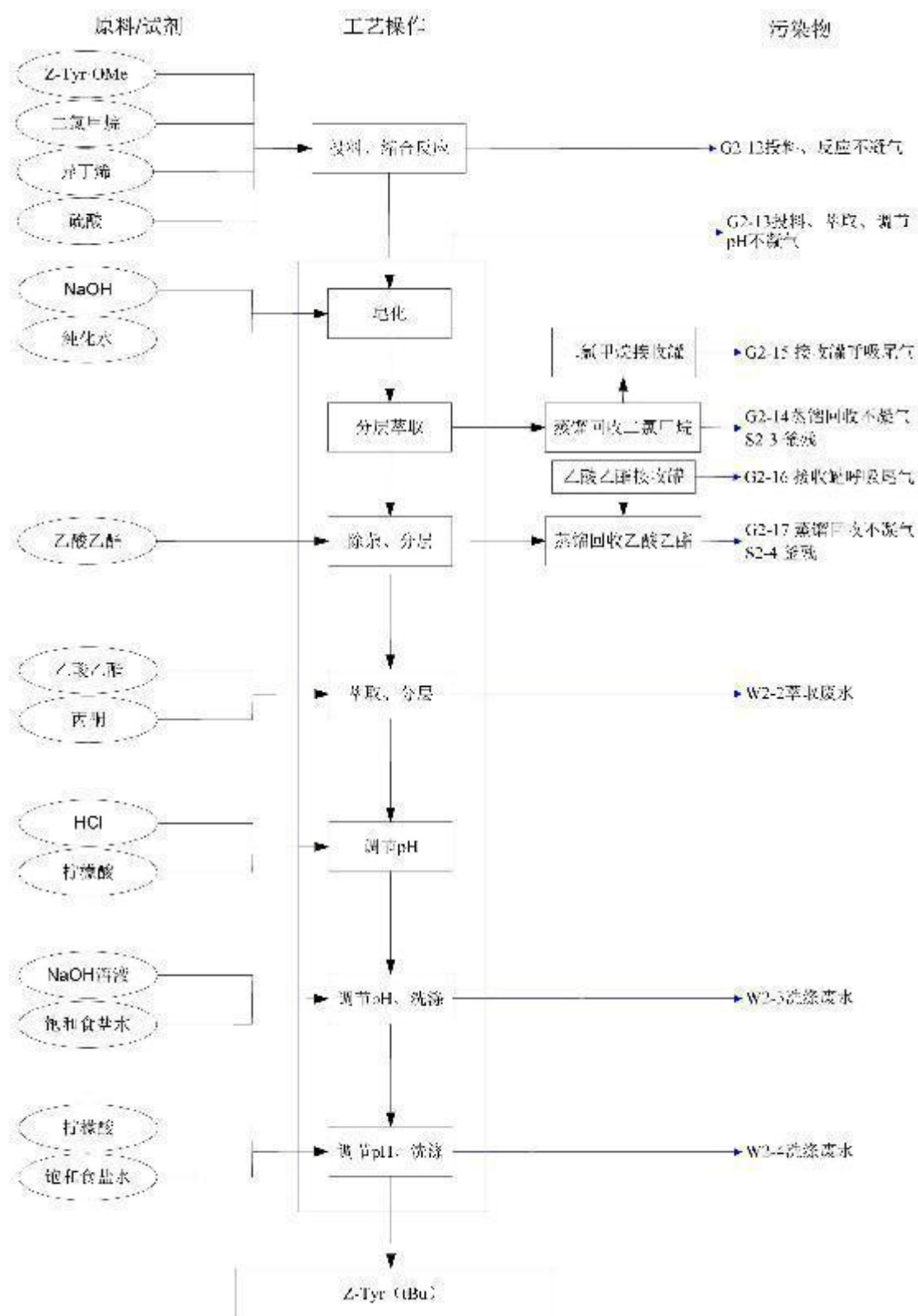


图 7 Z-Tyr (tBu) 的制备工艺流程图

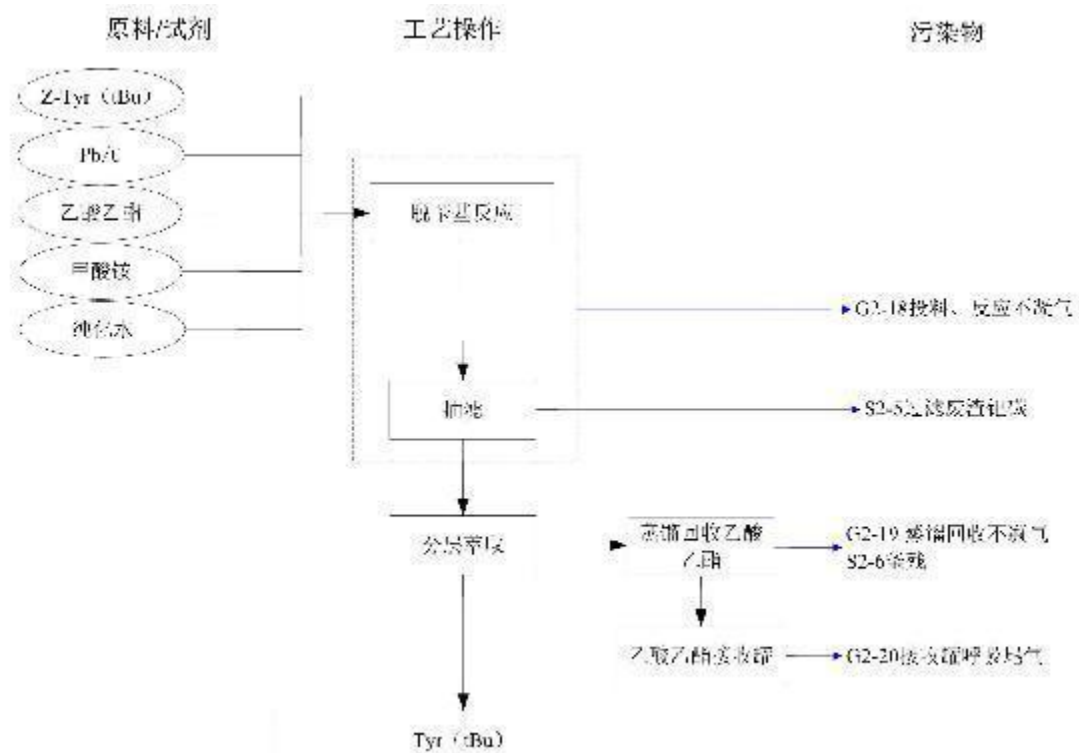


图 8 Z-Tyr.OMe 的制备工艺流程图



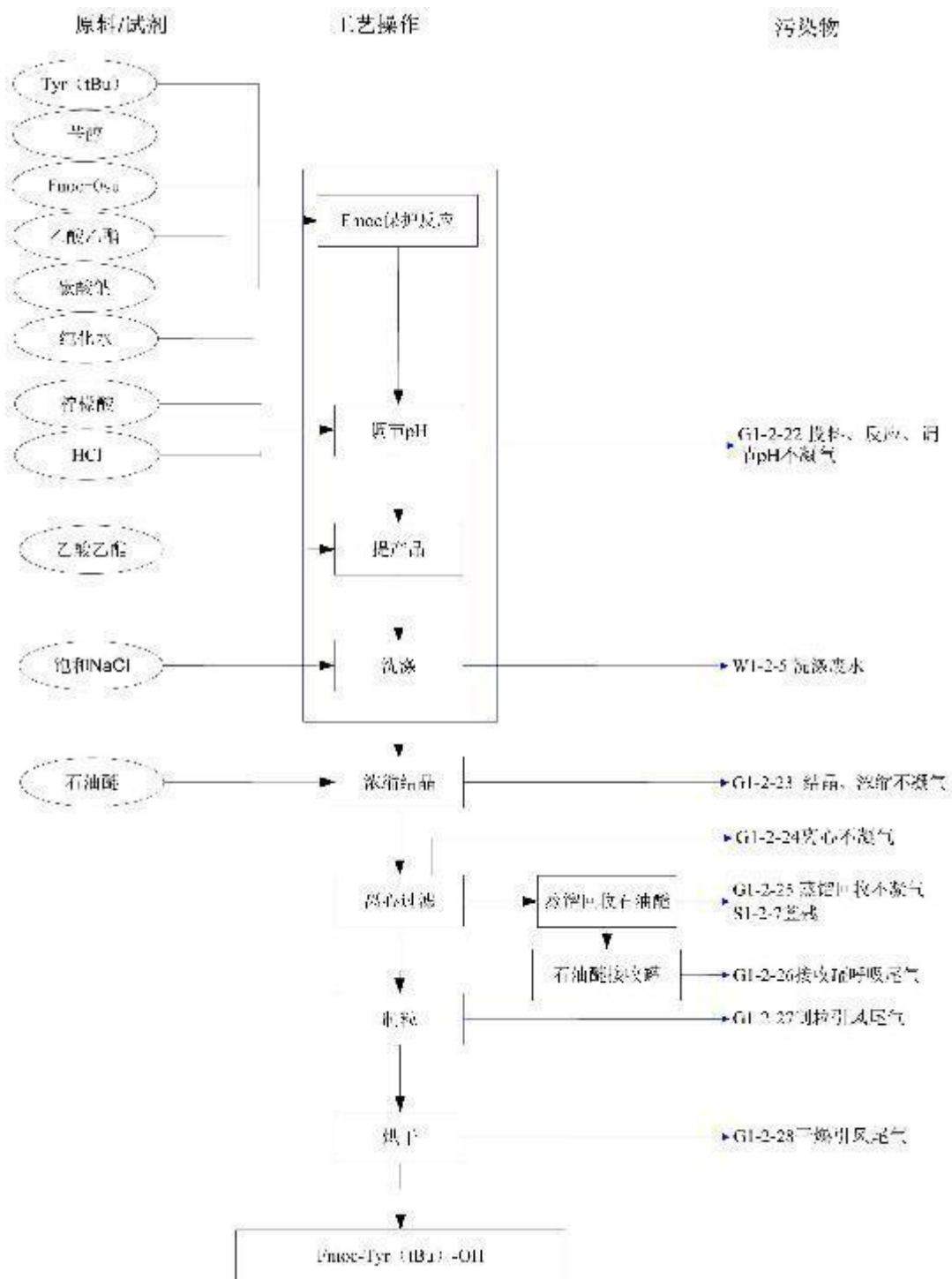


图9 Fmoc-Tyr(tBu)-OH的制备工艺流程图

## 5、西咪替丁生产工艺流程（未生产，正在办理排污许可证和竣工环境保护验收工作）

说明：已建成一条生产线，位于原料药一车间，替代了位于原料药一车间年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线和年产 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线

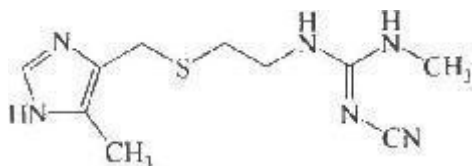
### （1）理化性质

中文名称：西咪替丁

英文名称：Cimetidine

CAS 号：51481-61-9

分子结构：



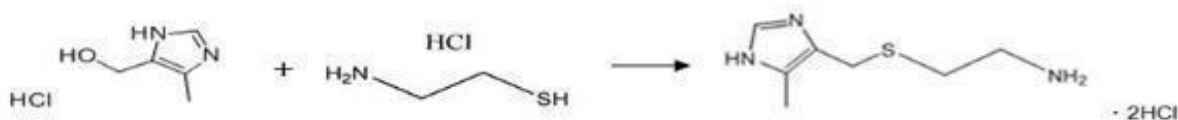
分子式：C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>N<sub>6</sub>S 分子量：252.34

理化性质：白色晶体，带有一种淡的硫气味，几乎无臭，味苦。在甲醇中易溶，在乙醇中溶解，在异丙醇中略溶，在水中微溶，在稀盐酸中易溶。熔点 139-144°C。

规格：含量大于 99%的固体晶体粉末。

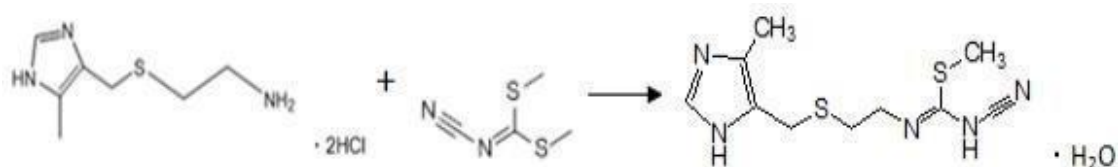
### （2）主要化学反应方程

#### ①4-甲基-5-【（2-氨基乙基）硫甲基】咪唑二盐酸盐的制备



#### ②西咪替丁二缩物（N-氰基-N-[2-（5-甲基咪唑-4-甲硫）乙基]-S-

甲基异硫脲) 的制备



③西咪替丁粗品的制备



(3) 生产工艺流程简述

①4-甲基-5-【(2-氨基乙基)硫甲基】咪唑二盐酸盐的制备:

4-甲基-5-羟甲基咪唑盐酸盐、半胱胺盐酸盐和乙酸回流 14-15h。降温至 15-20°C，结晶，离心，滤饼用异丙醇洗涤，60°C真空干燥。得 4-甲基-5-【(2-氨基乙基)硫甲基】咪唑二盐酸盐。

②西咪替丁二缩物(N-氰基-N-[2-(5-甲基咪唑-4-甲硫)乙基]-S-甲基异硫脲)的制备:

将 4-甲基-5-【(2-氨基乙基)硫甲基】咪唑二盐酸盐溶解在纯化水中，然后搅拌下加入碳酸钾溶液，再将得到的溶液慢慢加到含 N-氰亚胺基-S，S-二硫代碳酸二甲酯的乙醇溶液中，升温至 45-46°C，在真空度 0.055-0.06MPa 负压下，保温反应 10h，反应毕，冷至 10°C 左右，保温 3h，离心，30°C真空干燥。得西咪替丁二缩物单水合物(N-氰基-N-[2-(5-甲基咪唑-4-甲硫)乙基]-S-甲基异硫脲)。

③西咪替丁粗品的制备:

将西咪替丁二缩物的单水合物悬浮在乙醇中，升温至 30°C 左右加入甲胺水溶液。全部加完后，升温至 50-55°C，保温搅拌 5h，溶液冷

至-10℃左右，在-10℃保温搅拌 25h。离心，彻底除去母液，用 0-5℃蒸馏水洗涤（3×170L）、40℃真空干燥得西咪替丁粗品。

④西咪替丁粗品精制：

将西咪替丁和乙醇加热至 50-55℃，搅拌溶解，加入活性炭，保温搅拌吸附 30min，热滤，滤液冷至-5℃，在-5℃保温搅拌过夜，离心，滤饼用冰乙醇洗涤，40℃真空干燥，得西咪替丁精制品。

本项目西咪替丁生产工艺流程见图 10、11、12、13。

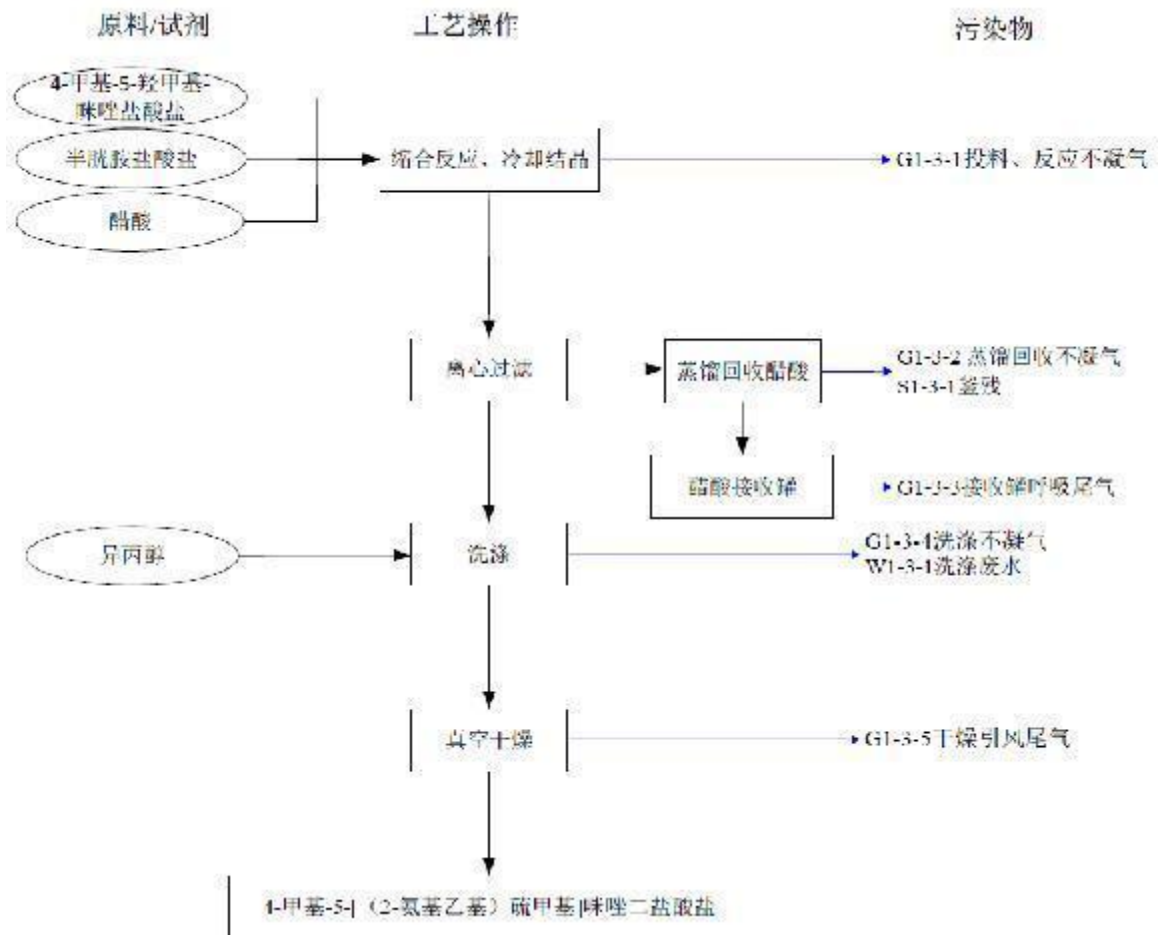


图 10 4-甲基-5-[(2-氨基乙基)硫甲基]咪唑二盐酸盐的制备工艺流程图

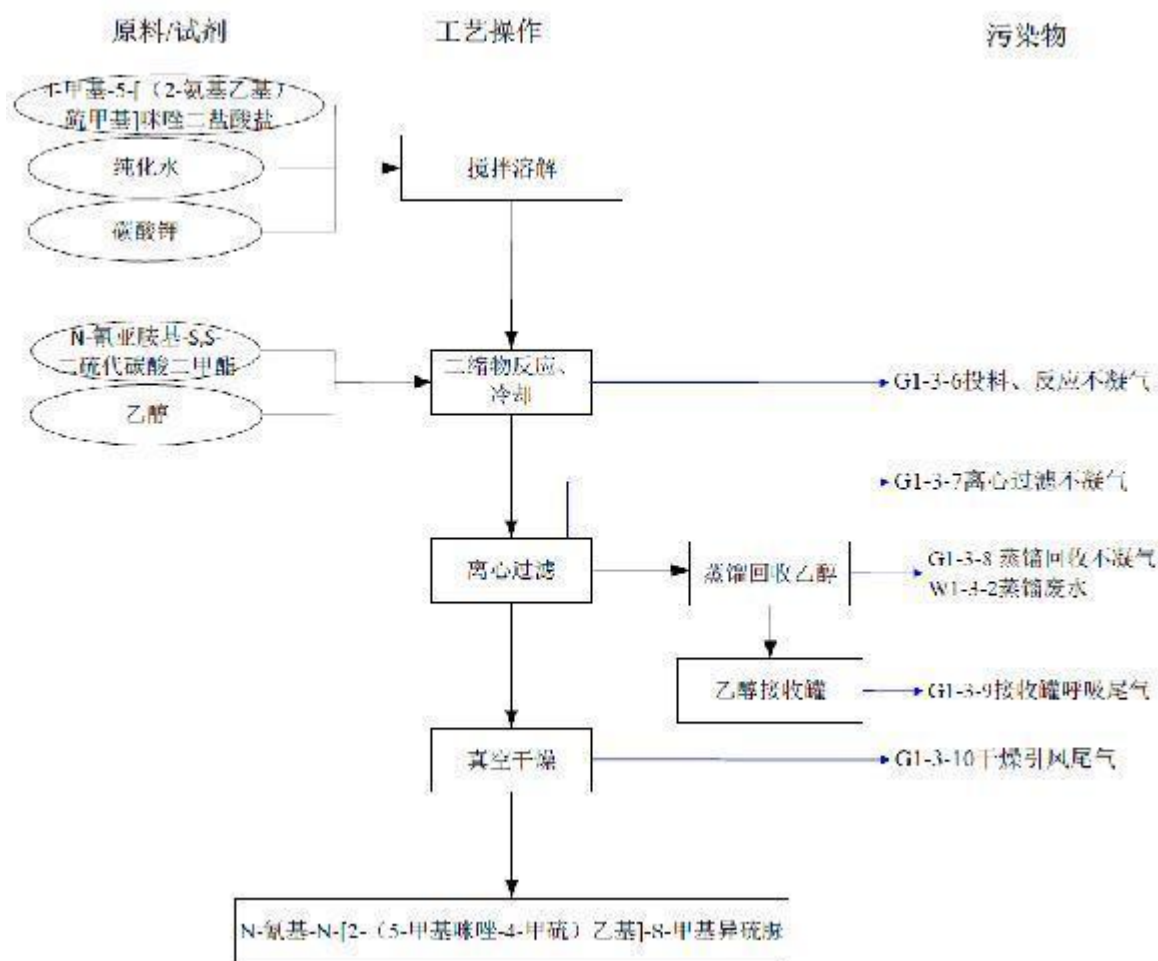


图 11 N-氟基-N-[2-(5-甲基咪唑-4-甲硫)乙基]-S-甲基异硫脲的制备工艺流程图

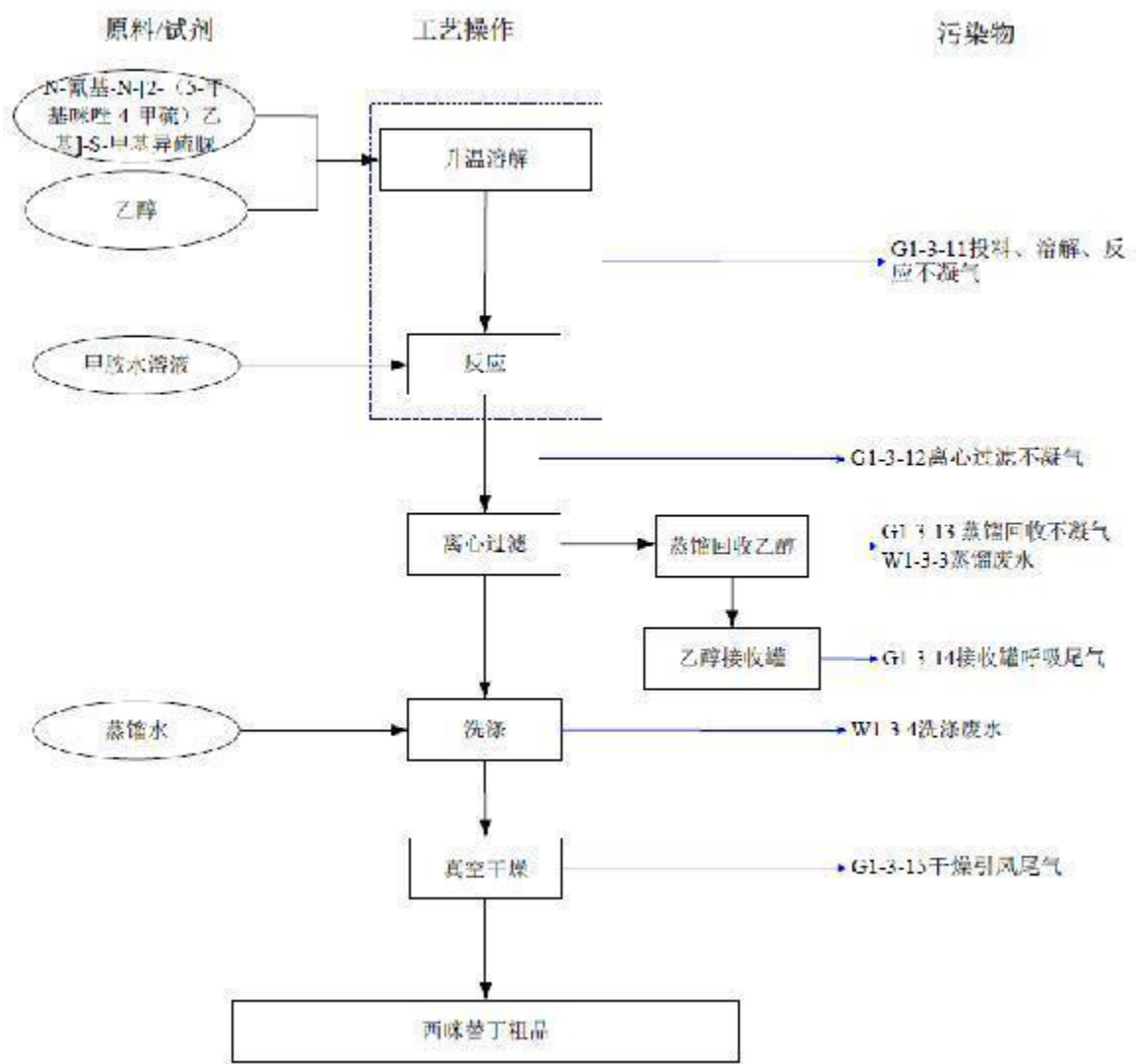


图 12 西咪替丁粗品的制备工艺流程图

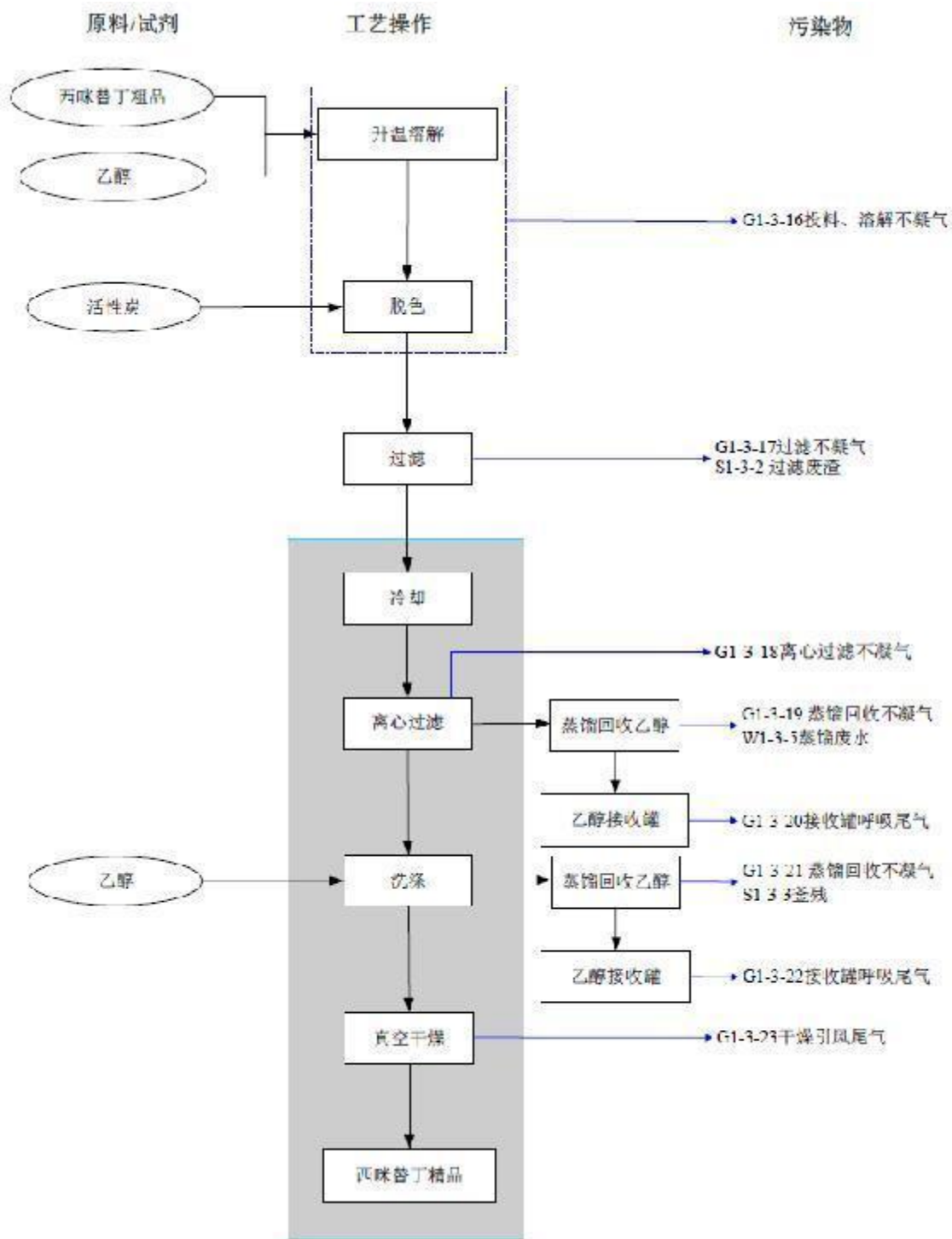


图 13 西咪替丁精品的制备工艺流程图

### （三）污染物产生、治理和排放情况

#### 1、废气

我公司主要的大气污染物为燃气锅炉运行过程中产生的烟尘、二氧化硫和氮氧化物等污染物，氨基酸衍生物系列、西米替丁原料药一车间有机废气；厂区无组织排放主要为原料药一车间未被收集的有机废气、有机液体储罐大小呼吸产生的有机废气及运输道路扬尘。

##### （1）生产车间废气碱液吸收+降膜水吸收处理工艺

原料药一车间产生含  $\text{SO}_2$ 、氨气的有机废气，其对活性炭纤维装置的处理效果产生不利影响，以上气体均可以与水混溶，考虑原料药生产线产生气体的酸碱性，所以首先对含  $\text{SO}_2$ 、硫酸的废气采取碱液（ $\text{NaOH}$ ）喷淋+降膜吸收的方式对其进行预处理。

碱液（ $\text{NaOH}$ ）喷淋塔和水吸收内设置喷淋装置和填料，塔顶设有除雾器，气体由下而上，循环  $\text{NaOH}$  溶液或水经喷嘴雾化后由上而下，气液两相传质，水溶液由塔底部流回循环水池，再由水泵提升至塔内。原料药一车间设置一套“碱液吸收塔（ $\text{NaOH}$ ）+降膜吸收（水）塔”废气处理设施处理原料一车间产生的废气。原料药一车间设碱液（ $\text{NaOH}$ ）喷淋塔 1 座，水洗塔 1 座，碱液喷淋塔为直径 1.2m，高 5m，水洗塔为直径 2.2m，高 7m。碱液喷淋塔和降膜吸收塔的喷淋用水量共 5000kg，结合喷淋废水水质，预计喷淋塔废水约 5 天更换一次，更换下来的废水排至厂区污水处理站处理。碱液喷淋塔+降膜吸收（水）塔对  $\text{SO}_2$ 、硫酸的去除效率均可达到 95%以上，经预处理后废气中  $\text{SO}_2$ 、硫酸浓度可降至 10ppm 以下，排至下一步活性炭吸附/



脱附处理工序。

## (2) 生产车间废气活性炭吸附/脱附+催化燃烧废气处理工艺

本装置工作过程可分为三个阶段，前处理（过滤）阶段、活性炭吸附阶段、活性炭脱附再生催化燃烧和设备降温阶段。

1) 前处理（过滤）过滤阶段：废气经过前处理过滤器，首先除去粉尘颗粒物。

2) 活性炭吸附阶段：过滤后的废气进入活性炭吸附装置，废气经过活性炭层时,活性炭的多孔性和空隙表面的张力把有机废气中的溶剂吸附在活性炭的空隙中，使所排废气得到净化。

3) 活性炭脱附再生催化燃烧阶段：活性炭使用一段时间，吸附了一定的溶剂后逐渐达到饱和状态，会降低或失去吸附能力；此时需要脱附再生，再生后使活性炭重新恢复吸附能力，可以继续使用。

4) 再生时，启动催化燃烧装置预热室电源，活性炭吸附饱和后用热空气脱附再生，使活性炭重新投入使用；通过控制脱附过程，可将有机废气浓度浓缩。脱附气流经催化净化装置内置的电加热装置加热至  $250^{\circ}\text{C}\sim 350^{\circ}\text{C}$ （加热温度由温控检测以控制），在催化剂作用下进行无焰燃烧反应，催化过程净化效率达 95%以上，氧化后生成  $\text{CO}_2$  和并释放出大量热量，该热量通过催化净化装置内的蓄热体，一部分再用来加热脱附出的高浓度废气，另外一部分做为活性炭脱附热气源使用。一般达到脱附~催化燃烧自平衡过程须全启动电加热器 3.0 小时左右。达到热平衡后关闭电加热装置，这时脱附处理系统靠废气中的有机溶剂做燃料维持正常运转，无须外加能源可使再生过

程达到自平衡循环，极大地减少能耗，并且无二次污染的产生。

5) 设备降温阶段：为防止活性炭高温失去吸附的特性，催化燃烧反应结束后，管道内温度需要降低到活性炭吸附最佳温度。

### (3) 生产车间二氯甲烷、氯化氢废气治理工艺

二氯甲烷、氯化氢废气收集进入第一级低温喷淋水吸收对二氯甲烷和盐酸气回收处理后，进入第二级低温喷淋水吸收，再次对二氯甲烷和盐酸气回收处理，废气进入第一级碱洗塔吸收二氯甲烷、盐酸气和二氧化碳处理，进入第二级碱洗塔吸收二氯甲烷、盐酸气和二氧化碳处理，进入第三级碱洗塔，进一步去除二氧化碳，最后进入水喷淋洗涤塔除去结晶性碱液，气体进入干式过滤器过滤后，进入活性炭吸附箱处理净化后，经 20 米排气筒高空达标排放。

低温喷淋洗涤设备能够去除废气中部分颗粒，吸收可水溶性的废气，冷凝不溶于水的有机溶剂，将气体中的污染物传送到液体中。达到清洁气体的目的。工作过程是利用风机组或自发性压差将废气排入洗涤塔内，气流经旋流层段（气/液接触反应之介质），让废气与填充物表面流动的吸收液充分接触，以吸附废气中所含的盐酸气和冷凝有机气体。

低温喷淋吸收塔能够将盐酸气比较完全地吸收到该设备的回收层水层，同时减少了流动性气流，使二氯甲烷不会被气流带走，能够有效的回收，二氯甲烷气体被冷却的循环吸收液降温冷凝，比重为 1.33，与水相分层后进入反应釜回收。经过二级水喷淋吸收塔的过滤，能够将绝大部分二氯甲烷气体冷凝回收。

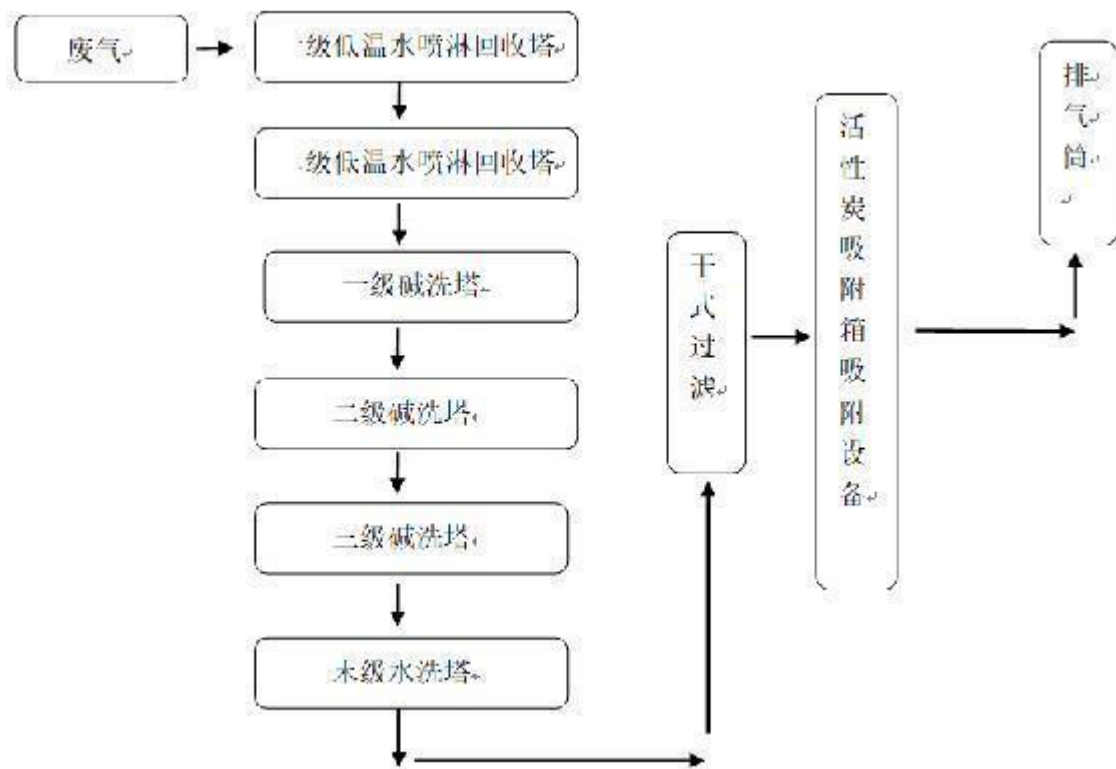


图 14 二氯甲烷、氯化氢废气治理工艺

针对以上污染源，公司均采取了相应的污染防治措施，我公司废气产排污节点、污染物及污染治理情况详见下表。

表1 废气产排污节点、污染物及治理设施信息表

生产设施名称	对应产污环节名称	污染物种类	排放形式	污染治理措施	有组织排放口编号	有组织排放口名称	排气筒高度	排放口类型	备注
4t/h燃气锅炉	锅炉燃烧	颗粒物、二氧化硫、氮氧化物、林格曼黑度	有组织	燃用清洁燃料天然气	/	4t/h蒸汽锅炉烟气排放口	15m	一般排放口	该锅炉已停用,不再启用
8t/h燃气锅炉	锅炉燃烧	颗粒物、二氧化硫、氮氧化物、林格曼黑度	有组织	燃用清洁燃料天然气	DA006	8t/h蒸汽锅炉烟气排放口	15m	一般排放口	正常使用
其他反应釜、过滤器、冷凝器、干燥机、蒸馏制粒等	氨基酸衍生物系列、西米替丁生产过程中逸散的废气	VOCs、甲醇、HCl、丙酮、SO <sub>2</sub> 、颗粒物	有组织	经管道收集至一套“碱液(NaOH)吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附+催化燃烧”处理,经排气筒(1#)排放。	DA004	原料药一车间有机废气排放口1	20m	主要排放口	/
搪玻璃反应釜(YL1SBA-005)	氨基酸衍生物系列、西米替丁生产过程中未被收集的有机废气	二氯甲烷、HCl、VOCs	有组织	经通风管道收集至一套“一级低温水喷淋洗涤回收+二级低温水喷淋洗涤回收+一级碱洗去味+二级碱洗喷淋+三级碱洗循环喷淋+三级低温喷淋洗涤+干式过滤+活性炭吸附箱”处理,经22m高排气筒排放(1#)。	DA005	原料药一车间废气排放口2	20m	主要排放口	编号为企业内部设备编号
搪玻璃反应釜(YL1SBA-007)									
搪玻璃反应釜(YL1SBA-008)									
搪玻璃反应釜(YL1SBA-009)									
搪玻璃反应釜(YL1SBA-0010)									
搪玻璃反应釜(YL1SBA-011)									
有机液体储罐	有机液体加液和储存	VOCs	无组织	经管道收集至一套“碱液(NaOH)吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附+催化燃烧”处理,经排气筒(1#)排放。	DA004	原料药一车间有机废气排放口	20m	一般排放口	/

## 2、废水

我公司废水主要为车间各类清洗废水、原料药生产车间生产废水和生活污水，全部进入厂区自建的污水处理厂处理后，除部分用于绿化外，其余废水经管网排入园区管网，后送至天瑞玉龙污水处理有限公司污水处理厂进一步处理。我公司废水产排污节点、污染物及污染治理情况详见下表。

表 2 废水类别、污染物及治理设施信息表

废水类别	污染物种类	污染治理措施	排放去向	排放规律	排放口编号	排放口类型	处理能力m <sup>3</sup> /d
生产废水	pH值、化学需氧量、总磷、氨氮、总氮、悬浮物、色度、五日生化需氧量	UV-H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -高效多维电解+水解酸化+涌动式两段厌氧反应+二级SBR工艺+深度氧化处理工艺	排入天瑞玉龙污水处理有限公司污水处理厂	连续排放	DW001	主要排放口	200
初期雨水	pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物	/	雨水管网	间断排放	YS001	/	

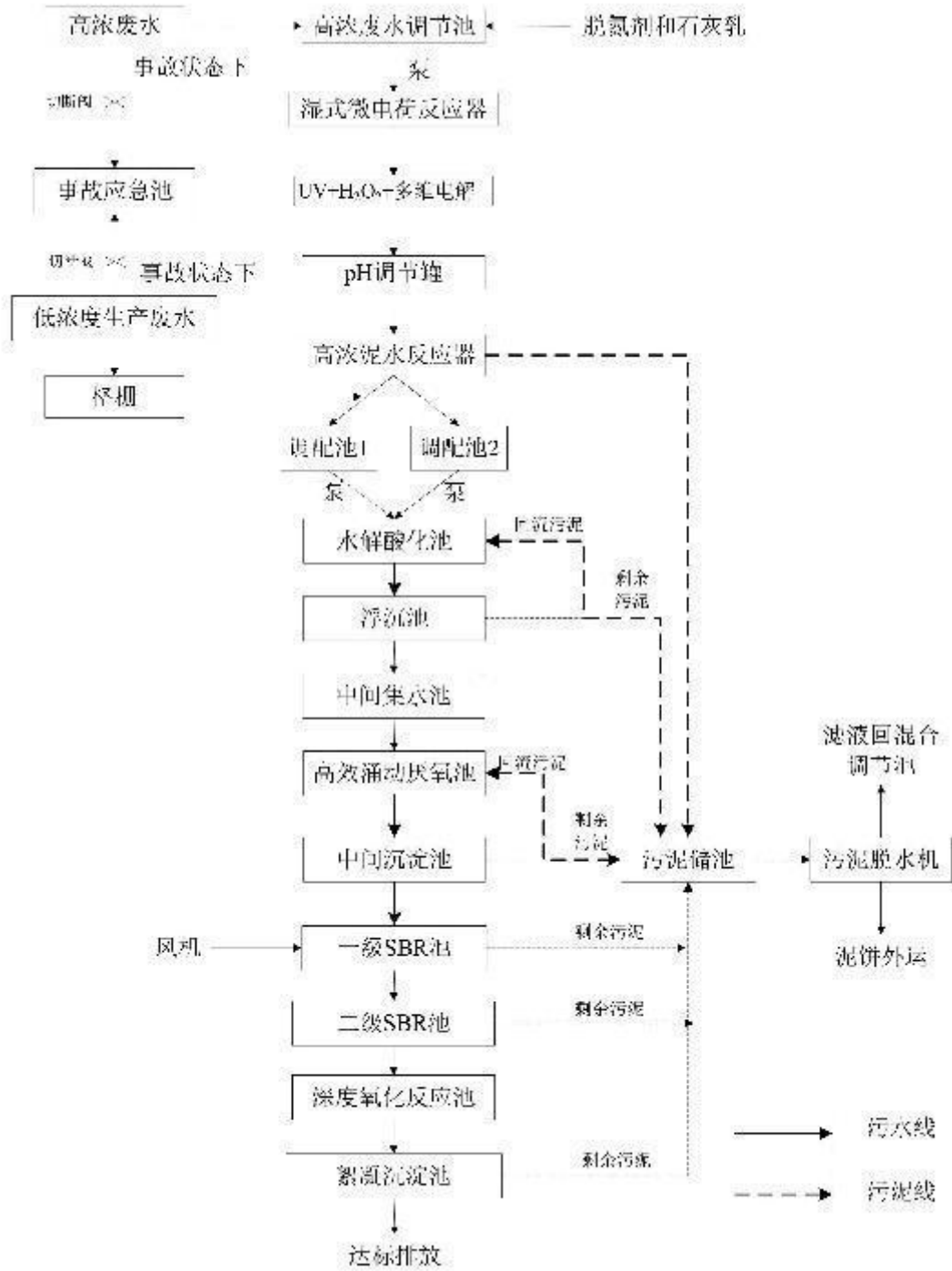


图 16 厂区污水处理站工艺流程图

### 3、固体废物

我公司生产过程产生的固废分为一般工业固废和危险废物。固体废物产生及处理处置信息详见下表。

表3 固体废物产生及处理处置信息表

序号	污染源编号及产污环节	产生量 (t/a)	主要污染物	有害成分	形态	固废属性	废物代码	危险特性	处置方式
1	二氯甲烷、石油醚蒸馏回收釜残	0.096	二氯甲烷	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	利用厂区现有的危废暂存间进行存放，定期交由有危废处理资质的单位进行处置
		0.16	石油醚						
		0.088	副反应产物、未反应物等						
2	过滤废渣	1.2	废活性炭	有机物	固体	HW06废有机溶剂与含有机溶剂废物	900-405-06	T/I/R	
		0.736	水						
		0.0640	其他不溶性杂质						
3	甲醇蒸馏回收釜残	0.08	甲醇	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	
		14.296	副反应产物、未反应物等						
4	石油醚蒸馏回收釜残	0.00625	石油醚	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	
		0.14375	副反应产物、未反应物等						
5	石油醚蒸馏回收釜残	0.02625	石油醚	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	
		0.07375	副反应产物、未反应物等						
6	二氯甲烷蒸馏回收釜残	0.2185	二氯甲烷	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	
		0.1365	副反应产物、未反应物等						
7	乙酸乙酯蒸馏回收釜残	0.0042	乙酸乙酯	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	
		0.0078	副反应产物、未反应物等						
8	过滤废渣	0.075	钨碳	有机物	固体	HW06废有机溶剂与含有机溶剂废物	900-405-06	T/I/R	
		0.025	乙酸乙酯						
		0.006	不溶性杂质						
9	乙酸乙酯蒸馏回收釜残	0.06	乙酸乙酯	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	
		1.9	副反应产物、未反应物等						
10	石油醚蒸馏回收釜残	0.02625	石油醚	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	
		0.4912	副反应产物、未反应物等						
11	乙酸回收釜残	0.015	乙酸	有机物	糊状	HW02医药废物	271-001-02	T	
		0.225	副反应产物、未反应物等						
12	过滤废渣	0.0228	活性炭	有机物	固体	HW02医药废物	271-003-02	T	
		0.0112	不溶性杂质						
13	乙醇回收釜残	0.025	乙醇	有机物	糊状	HW02医药废物	271-001-02	T	
		0.0888	副反应产物、未反应物等						
14	二氯甲烷、石油	0.096	二氯甲烷	有机物	糊状	HW11精（蒸）馏残渣	900-013-11	T	

	醚蒸馏回收釜残	0.16	石油醚					
		0.088	副反应产物、未反应物等					
15	过滤废渣	1.2	废活性炭	有机物	固体	HW06废有机溶剂与含有机溶剂废物	900-405-06	T/I/R
		0.736	水					
		0.064	其他不溶性杂质					
16	甲醇蒸馏回收釜残	0.08	甲醇	有机物	糊状	HW11精(蒸)馏残渣	900-013-11	T
		14.296	副反应产物、未反应物等					
17	石油醚蒸馏回收釜残	0.00625	石油醚	有机物	糊状	HW11精(蒸)馏残渣	900-013-11	T
		0.14375	副反应产物、未反应物等					
18	石油醚蒸馏回收釜残	0.02625	石油醚	有机物	糊状	HW11精(蒸)馏残渣	900-013-11	T
		0.07375	副反应产物、未反应物等					
19	二氯甲烷蒸馏回收釜残	0.2185	二氯甲烷	有机物	糊状	HW11精(蒸)馏残渣	900-013-11	T
		0.1365	副反应产物、未反应物等					
20	乙酸乙酯蒸馏回收釜残	0.0042	乙酸乙酯	有机物	糊状	HW11精(蒸)馏残渣	900-013-11	T
		0.0078	副反应产物、未反应物等					
21	过滤废渣	0.075	钼碳	有机物	固体	HW06废有机溶剂与含有机溶剂废物	900-405-06	T/I/R
		0.025	乙酸乙酯					
		0.006	不溶性杂质					
22	乙酸乙酯蒸馏回收釜残	0.06	乙酸乙酯	有机物	糊状	HW11精(蒸)馏残渣	900-013-11	T
		1.9	副反应产物、未反应物等					
23	石油醚蒸馏回收釜残	0.02625	石油醚	有机物	糊状	HW11精(蒸)馏残渣	900-013-11	T
		0.4912	副反应产物、未反应物等					
24	乙酸回收釜残	0.015	乙酸	有机物	糊状	HW02医药废物	271-001-02	T
		0.225	副反应产物、未反应物等					
25	过滤废渣	0.0228	活性炭	有机物	固体	HW02医药废物	271-003-02	T
		0.0112	不溶性杂质					
26	乙醇回收釜残	0.025	乙醇	有机物	糊状	HW02医药废物	271-001-02	T
		0.0888	副反应产物、未反应物等					
27	原、辅材料库	0.25	废包装材料	有机物	固体	HW49其它废物	900-041-49	T/In
28	原料药一车间、二车间	0.1	废机油	有机物	液体	HW08废矿物油与含矿物油废物	900-249-08	T/I
29	有机废气处理系统	1	活性炭吸附塔废活性炭	有机物	固体	HW02医药废物	275-005-02	T
30	有机废气处理	15.83	冷凝液	有机物	液体	HW06废有机溶剂与含有机溶剂废物	900-405-06	T/I/R



31	纯水制备过滤工序	1.5	废活性炭和废吸附载体物	废活性炭及吸附物	固体	/	/	/	设置收集桶集中收集
32	原材料仓库	6	废包装材料	有机物	固体	/	/	/	废品公司回收
33	污水处理站	50.16	污泥	污泥	固体	/	/	/	集中后由当地环卫部门集中清运处置
34	办公生活	6.75	生活垃圾	废纸张等	/	/	/	/	集中收集后定期委托环卫部门及时清运

#### 4、噪声

公司噪声主要来自空调冷冻机组、空压机、离心机、过滤器、真空泵机组，冷冻机组、空压机组，各类泵类、运输车辆等设备。工程采用了设备减振、消声、结构维护等措施，可使厂界噪声达到相应标准要求。我公司噪声设备源及治理措施信息详见下表。

表4 主要噪声设备源及治理措施信息表

噪声源位置	噪声源	排放特性	控制措施
制剂车间	生产设备	连续	室内布置、基础减振
	冷冻机组	连续	室内布置、基础减振
	空压机	连续	室内布置，进气口安装消声器
	泵类设备	连续	室内布置、基础减振
原料药生产车间	真空干燥机	连续	室内安装、减振基础
	热风循环干燥箱	连续	室内安装、减振基础
	制粒机	连续	室内安装、减振基础
	引风机	连续	消声器、隔声罩、减震基础
	冷冻机组	连续	室内安装、减振基础
	真空泵	连续	室内安装、减振基础
	空压机	连续	室内布置，进气口安装消声器
	离心机	连续	室内安装、减振基础

#### 5、我公司无重金属污染物产生和排放。

#### 6、变更情况

变更原因：为了回收二氯甲烷、盐酸等原辅料，及对有机废气深度治理，我公司根据实际生产情况对污染治理措施进行了如下变更。

环评设计阶段：公司原料一车间产生的废气主要包括：①投料、反应、提纯、有机溶剂回收、制粒以及粗品干燥等过程中产生的不凝气，主要成分有甲醇、异丙醇、乙醇、二氯甲烷、乙酸乙酯、四氢呋喃等TVOC，干燥过程会产生少量粉尘；②投料、反应、提纯、有机溶剂回收等过程产生的氯化氢不凝气、硫酸、SO<sub>2</sub>等；③干燥过程产

生的粉尘。

原料药一车间产生的废气经管道收集至一套“碱液（NaOH）吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附再生装置”处理，经20m高排气筒（P1）排放，系统风量为24000m<sup>3</sup>/h，HCl、硫酸、SO<sub>2</sub>处理效率为95%，有机废气综合处理效率80%，粉尘处理效率为50%。

实际建设情况：为了回收二氯甲烷有机溶剂，我公司对产生二氯甲烷的反应釜进行了单独收集处理，即二氯甲烷、氯化氢废气收集进入第一级低温喷淋水吸收对二氯甲烷和盐酸气回收处理后，进入第二级低温喷淋水吸收，再次对二氯甲烷和盐酸气回收处理，废气进入第一级碱洗塔吸收二氯甲烷、盐酸气和二氧化碳处理，进入第二级碱洗塔吸收二氯甲烷、盐酸气和二氧化碳处理，进入第三级碱洗塔，进一步去除二氧化碳，最后进入水喷淋洗涤塔除去结晶性碱液，气体进入干式过滤器过滤后，进入活性炭吸附箱处理净化后，经20米排气筒（2#）高空达标排放。

原料药一车间其他废气采用碱液吸收+降膜水吸收处理+活性炭吸附/脱附+催化然后处理工艺，最后经20米排气筒（1#）高空排放。

## 二、排污单位自行监测开展情况

### （一）自行监测方案编制依据

1、依据《朔州市2020年重点排污单位名录》，我单位不属于重点排污单位；依据《固定污染源排污许可分类管理名录（2019年版）》，我单位为重点管理单位。

2、根据山西省生态环境厅《关于切实做好2021年排污单位自行

监测及信息公开工作的通知》晋环函〔2021〕59号要求，我公司依据《排污许可申请与核发技术规范 制药工业—原料药制造》（HJ858.1-2017）、《排污单位自行监测技术指南 化学合成类制药工业》（HJ883-2017）等文件编制了我公司2021年自行监测方案。

## （二）监测手段和开展方式

1、自行监测手段：手工监测和自动监测相结合。

手工监测项目：废气：8t/h蒸汽锅炉烟气排放口的颗粒物、二氧化硫、氮氧化物、烟气黑度；原料药生产车间废气排放口产生的挥发性有机物、甲醇、氯化氢、二氯甲烷、丙酮、颗粒物、二氧化硫；厂界的颗粒物、挥发性有机物；废水：全厂废水总排口的总磷、总氮、悬浮物、色度、五日生化需氧量；雨水排放口的pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物；噪声：厂界噪声。

自动监测项目：废水总排口的流量、pH值、化学需氧量、氨氮。

2、开展方式：自承担监测和委托监测相结合。

其中，自动检测项目为自承担，手工监测项目为委托检测。

## （三）自动监测情况

我公司已按照《《排污许可申请与核发技术规范 制药工业—原料药制造》（HJ858.1-2017）中规定安装在线监测系统。其中废水总排口的pH值、化学需氧量、氨氮采用自动检测，自动监测系统故障时采用手工监测。

表5 自动监测设备一览表

序号	监测类别	监测点位	监测项目	监测方法及依据	监测设备名称、型号	设备厂家	是否联网	是否验收
1	废水	全厂废水总排口	流量	/	流量计	北京九波声迪科技有限公司	是	是
			pH	HJ828-2017 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法	pH 水质自动分析仪	江苏博克斯科技股份有限公司		
			化学需氧量	HJ/T96-2003 《pH 水质自动分析仪》- 玻璃电极法	化学需氧量(COD <sub>Cr</sub> )自动监测仪	南京港能环境科技有限公司		
			氨氮	HJ/T101-2003 《氨氮水质自动分析仪技术要求》- 水杨酸分光光度法	氨氮水质自动分析仪	南京鸿凯环境科技有限公司		

### 三、监测内容

#### (一) 大气污染物排放监测

##### 1、监测内容

废气主要来源于生产环节的有机废气、锅炉燃烧废气等，共计 3 个有组织排放口，其中有机废气排放口 2 个，均为主要排放口，锅炉废气排放口 1 个，一般排放口。监测点位、监测项目及监测频次见下表。

表 6 废气污染源手工监测内容一览表

序号	污染源类型	污染源名称	排放口名称	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数
1	固定源	原料药一车间有机废气排放口 1	DA004	排气筒上	NMHC	1 次/月	非连续采样至少 3 个
					SO <sub>2</sub> 、丙酮、氯化氢、甲醇	1 次/年	
					颗粒物	1 次/季度	
2	固定源	原料药一车间有机废气排放口 2	DA005	排气筒上	NMHC	1 次/月	非连续采样至少 3 个
					二氯甲烷、HCl、	1 次/年	

序号	污染源类型	污染源名称	排放口名称	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数
3	固定源	8t/h 天然气锅炉	DA006	排气筒上	氮氧化物	1次/月	非连续采样至少3个
					SO <sub>2</sub> 、颗粒物、林格曼黑度	1次/年	非连续采样至少3个
4	无组织	/	/	厂界外上风向1个对照点,下风向4个监控点	颗粒物、二氯甲烷、甲醇、NMHC、HCl、SO <sub>2</sub>	1次/半年	每次至少4个样

## 2、手工监测点位示意图

固定源废气监测点位示意图应标明污染源、处理设施、监测点等位置信息。无组织废气监测点位示意图应在厂区平面布置图上标明监测点位置。

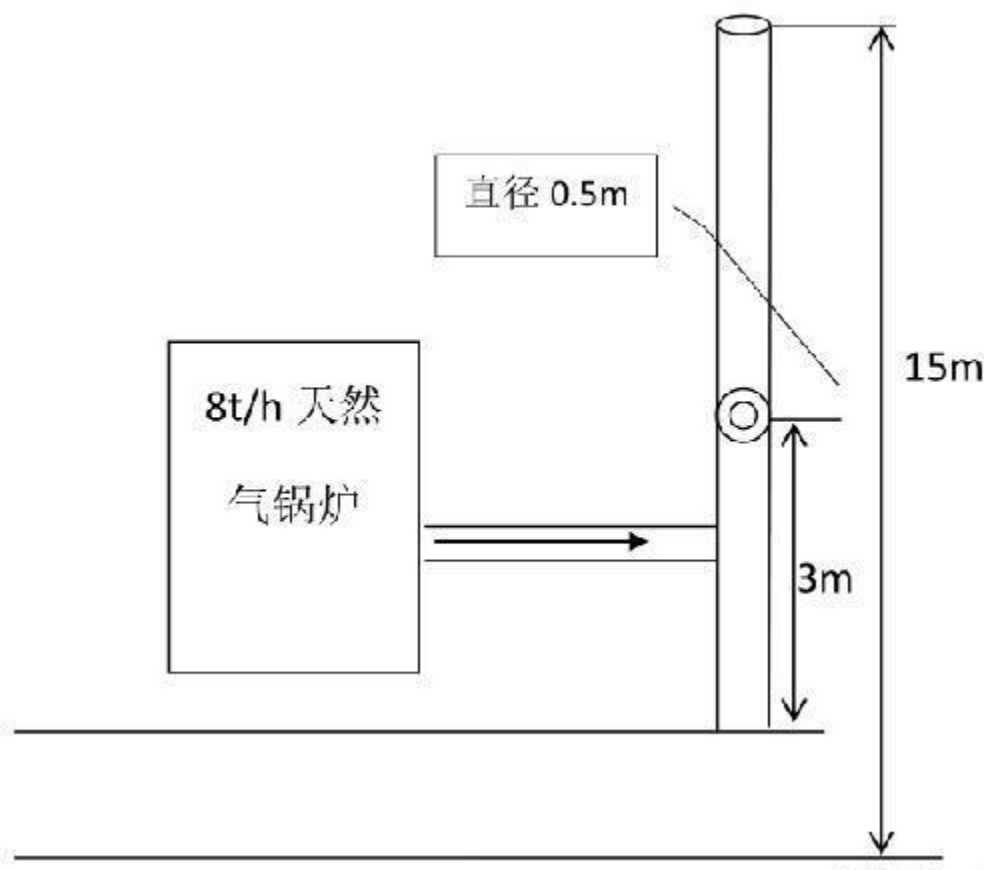


图 17 锅炉废气监测点位示意图

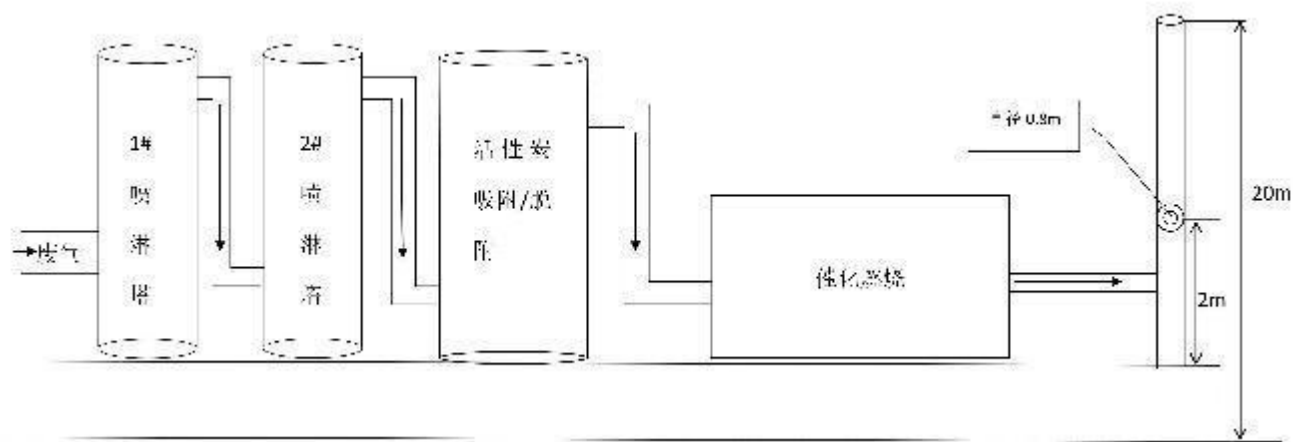


图 18 原料药生产车间废气排气筒 1 监测点位示意图

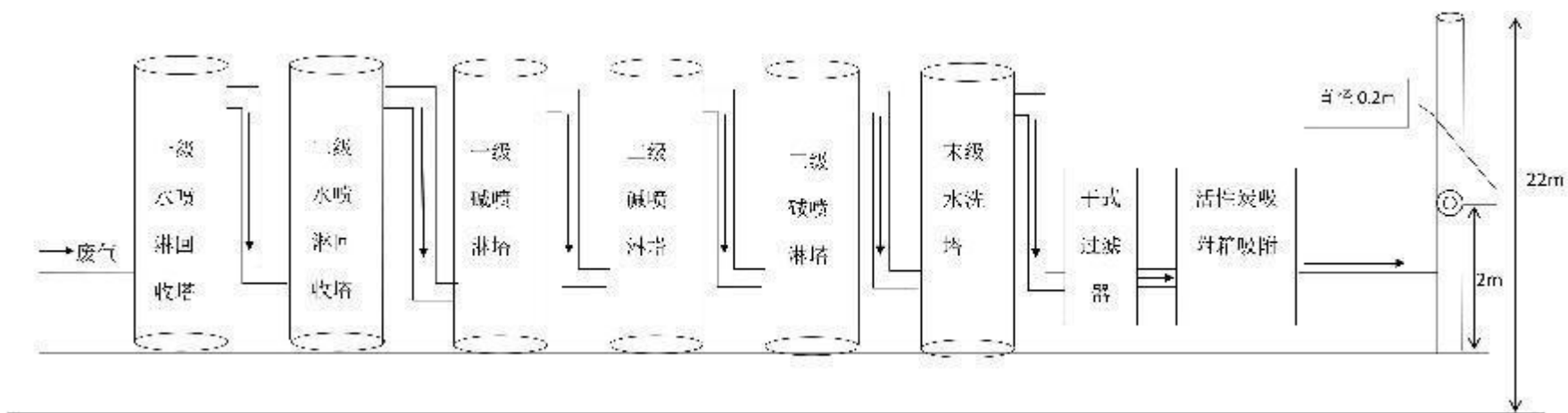


图 19 原料药生产车间废气排气筒 2 监测点位示意图

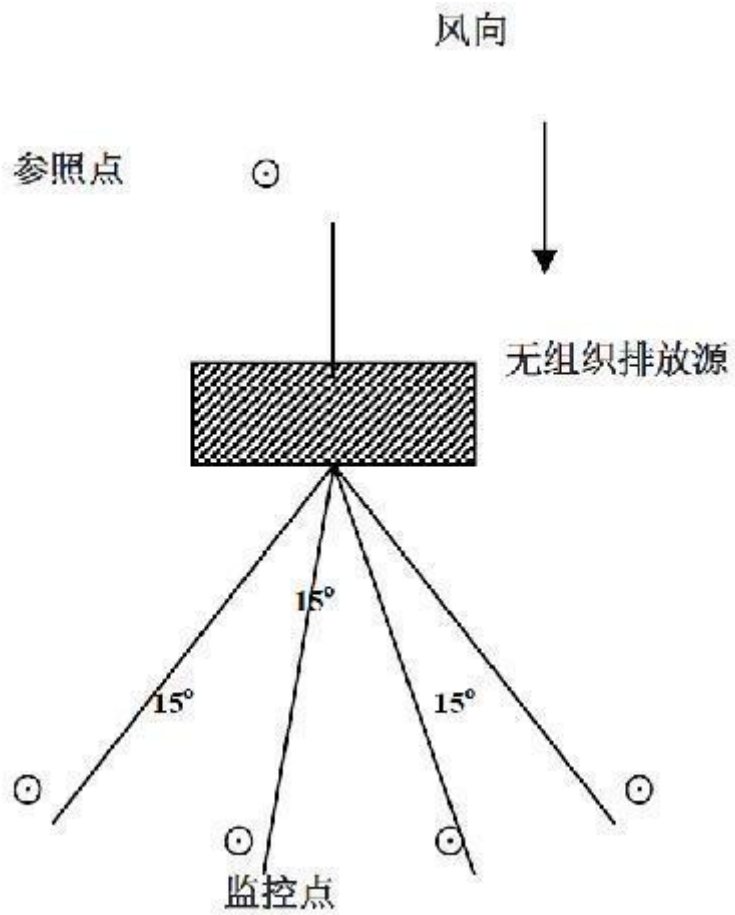


图 20 无组织监测点位示意图

### 3、手工监测方法及使用仪器

废气污染物手工监测方法及使用仪器情况见下表。



表 7 废气污染物手工监测方法及使用仪器一览表

序号	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析及依据	方法检出限 mg/m <sup>3</sup>	监测仪器设备名称和型号	备注
1	非甲烷总烃	固定源废气监测技术规范 HJ/T 397-2007	样品避光保存, 尽快分析, 放置时间不超过 12 小时	固定污染源废气 总烃、甲烷和非甲烷总烃的测定 气相色谱法 HJ38-2017	0.04	针管气相色谱仪 SP-8000	以监测单位分析方法及仪器设备等为准
2	甲醇	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	/	固定污染源排气中甲醇的测定 气相色谱法 HJ/T33-1999	2	G5 气相色谱仪	
3	HCl	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	样品密封后置于冰箱 3~5°C 保存, 保存期不超过 48 小时。	固定污染源废气 氯化氢的测定 硝酸银容量法 HJ548-2016	2	7200 型可见分光光度计	
4	颗粒物	固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法 GB/T 16157-1996	妥善保存, 避免污染。	固定污染源废气低浓度颗粒物的测定重量法 HJ836-2017	1	自动烟尘(气)测试仪 3012H-D	
5	SO <sub>2</sub>	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	现场读数	固定污染源排气中二氧化硫的测定 定电位电解法 HJ 57-2017	3	自动烟尘(气)测试仪 3012H-D	
6	丙酮	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	吸附采样管采样后, 立即用密封帽将采样管两端密封, 4°C 避光保存, 7 日内分析。	《固定污染源废气 挥发性有机物的测定固相吸附-热脱附气相色谱-质谱法》HJ 734-2014	0.01	7890B-5977B 型气相色谱质谱联用仪	
7	氮氧化物	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	避光保存	固定污染源废气氮氧化物的测定定电位电解法 HJ693-2014	3	自动烟尘(气)测试仪 3012H-D	
8	林格曼黑度	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	/	固定污染源排放烟气黑度的测定林格曼烟气黑度图法 HJ/T398-2007	/	林格曼黑度计	
9	二氯甲烷	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	样品避光保存, 尽快分析, 放置时间不超过 24 小时	固定污染源废气挥发性卤代烃的测定气袋采样-气相色谱法 HJ 1006-2018	0.3	G5 气相色谱仪	

序号	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析及依据	方法检出限 mg/m <sup>3</sup>	监测仪器设备名称和型号	备注
10	无组织颗粒物	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	/	环境空气总悬浮颗粒物的测定重量法 GB/T15432-1995	0.001	大气颗粒物综合采样器(五路) FY-DQ101、电子天平 CP124C	
11	无组织非甲烷总烃	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	样品避光保存,尽快分析,一般放置时间不超过12小时	环境空气总烃、甲烷和非甲烷总烃的测定直接进样-气相色谱法 HJ604-2017	0.04	G5 气相色谱仪	
12	无组织甲醇	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	/	固定污染源排期中甲醇的测定气相色谱法 HJ/T33-1999	2	G5 气相色谱仪	
13	无组织氯化氢	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	样品密封后置于冰箱3~5°C 保存,保存期不超过48小时	环境空气和废气氯化氢的测定离子色谱法 HJ 549-2016	0.02	离子色谱仪	

## (二) 水污染物排放监测

### 1、监测内容

公司厂区废水主要为生产工艺废水、其他综合废水及生活污水。公司全厂废水经过厂区污水处理站处理后排放，厂区设置一个废水总排口，污水处理站采用“UV-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-高效多维电解+水解酸化+涌动式两段厌氧反应+二级 SBR 工艺+深度氧化”污水处理工艺，处理规模为 200m<sup>3</sup>/d。监测点位、监测项目及监测频次见下两表。

表 8 废水污染物手工监测内容一览表

序号	排放口编号	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数	测试要求
1	DW001	全厂废水总排口	总磷、总氮	1 次/月	每次瞬时采样至少 3 个	正常工况
			悬浮物、色度、BOD <sub>5</sub> 、	1 次/季度		

表 9 废水污染物自动监测内容一览表

序号	排放口编号	监测点位	监测项目	监测频次	测试要求
1	DW001	全厂废水总排口	流量、pH、化学需氧量、氨氮	在线监测故障时采用手工监测，1 次/6 小时	正常工况

### 2、手工监测点位示意图

厂区废水污染源、处理设施、监测点、排放口等信息见下图。

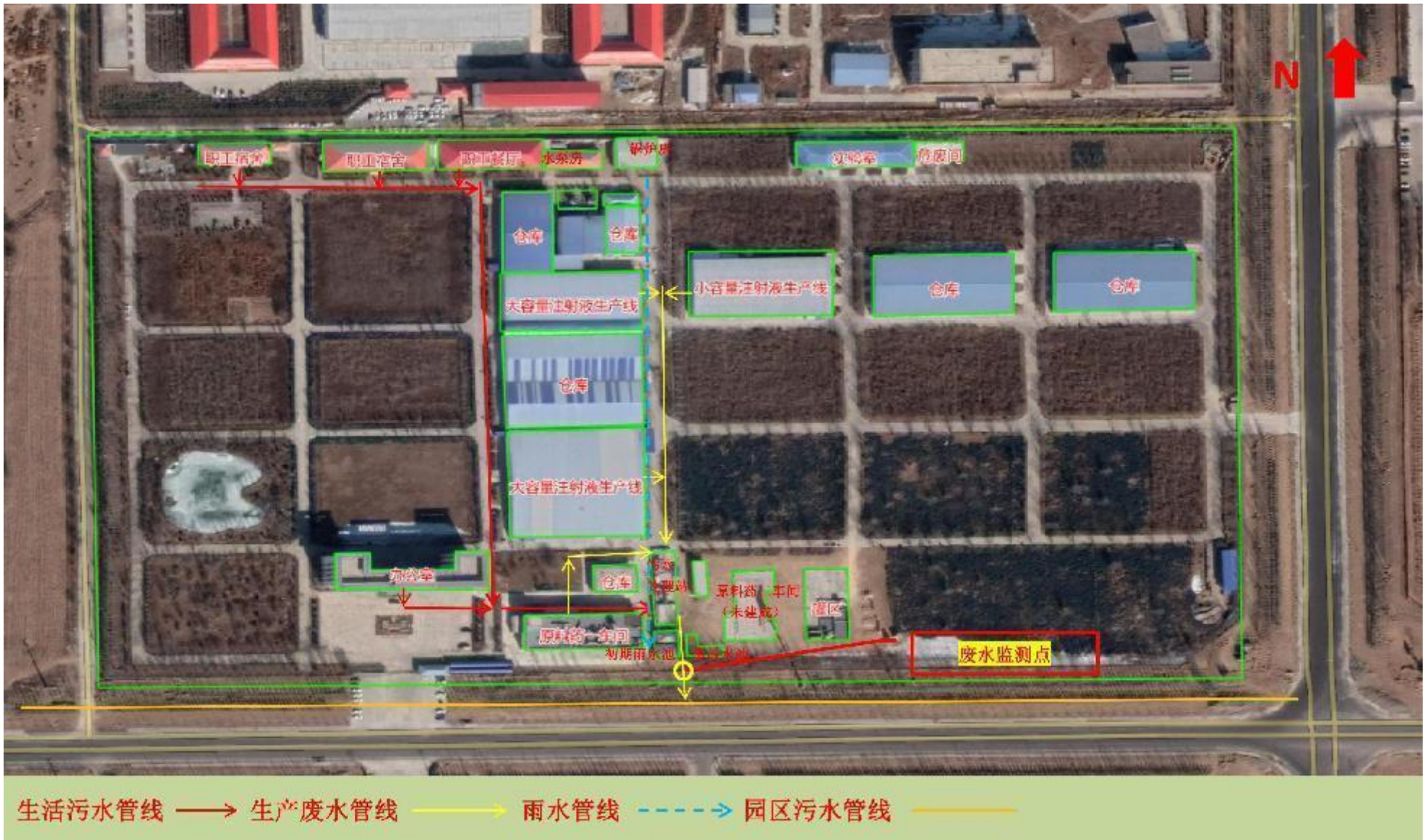


图 21 废水监测点位示意图

### 3、手工监测方法及使用仪器

废水污染物手工监测方法及使用仪器情况见下表。

表 10 废水污染物手工监测方法及使用仪器一览表

序号	分析项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析及依据	方法检出限 mg/L	监测仪器设备名称 和型号	备注
1	pH 值	《污水监测技术规范》 (HJ/T91.1-2019)	最好现场测定，否则，样品保持在 0~4℃	水质 pH 值的测定玻璃电极法 GB/T 6920-1986	/	pH 计 PHS-3C	在线监测故障时， pH、 COD <sub>Cr</sub> 、氨 氮采用手工 监测，1 次/6 小时， 分析方法 及仪器设备 以监测单 位等为准
2	COD <sub>Cr</sub>		置于玻璃瓶中，4℃下保存	水质化学需氧量的测定重铬酸盐 法 HJ 828-2017	4	滴定管	
3	氨氮		加硫酸使水样酸化至 pH<2， 2~5℃下可保存 7d	水质氨氮的测定纳氏试剂分光光 度法 HJ535-2009	0.025	可见分光光度计 722G	
4	总磷		冷藏保存	水质总磷的测定钼酸铵分光光度 法 GB/T11893-1989	0.01	紫外分光光度计 UV1800PC	
5	总氮		浓硫酸调节 pH 值至 1~2	水质总氮的测定碱性过硫酸钾消 解紫外分光光度法 HJ636-2012	0.05	紫外分光光度计 UV1800PC	
6	悬浮物		4℃冷藏保存	水质悬浮物的测定重量法 GB/T11901-1989	4	电子天平 JJ224BC	
7	BOD <sub>5</sub>		0-4℃冷藏	水质五日生化需氧量 (BOD <sub>5</sub> ) 的 测定稀释与接种法 HJ 505-2009	0.5	溶解氧测定仪	
8	色度		贮存于暗处	水质色度的测定 GB/T 11903-1989	/	pH 计 PHS-3C	



### (三) 厂界噪声监测

#### 1、监测内容

厂界噪声监测内容见下表。

表 11 厂界噪声监测内容一览表

监测点位	监测项目	监测频次	监测方法及依据	方法检出限	仪器设备名称和型号
厂界四周共布设 8 个噪声点	Leq (A)	每季度一次 (昼、夜各一次)	工业企业厂界环境噪声排放标准 (GB12348-2008)	35dB (A)	多功能声级计 AWA5680

#### 2、监测点位示意图



注：▲表示噪声监测点位

图 22 噪声监测布点示意图

### (四) 土壤环境质量监测

根据《2021 年朔州市土壤环境重点监管企业名单》，我公司不属于土壤污染重点监管单位，故本方案不做要求。

### (五) 排污单位周边环境质量监测

根据《山西诺成制药有限公司大、小容量注射液等生产线新建项目环境影响报告表》、《山西诺成制药有限公司改扩建年产 2×63 吨

氨基酸衍生物系列和年产 2×4 吨西咪替丁原料药产品生产线项目环境影响报告书》及其批复等文件要求，我单位需开展周边环境质量监测。

## 1、监测内容

环境质量监测点位、项目、频次见下表。

表 12 排污单位周边环境质量监测内容一览表

监测类别	监测点位		监测项目	监测频次	样品个数
土壤	占地范围内	原料药一车间南（柱状样）	pH、二氯甲烷	1 次/3 年	3 个
		污水处理区（柱状样）	pH、二氯甲烷	1 次/3 年	3 个
		拟建原料药二车间南（柱状样）	pH、二氯甲烷	1 次/3 年	3 个
	占地范围外	绿化带（表层样）	pH、二氯甲烷	1 次/3 年	1 个
地下水	M1 污水处理站上游		pH、氨氮、硝酸盐、亚硝酸盐、氟、总硬度、溶解性总固体、耗氧量、硫酸盐、氯化物、二氯甲烷	丰平枯水期各一次	1 个
	M2 原料药一车间下游			每单月 1 次，6 次/年	1 个
	M3 初期水收集池下游			每单月 1 次，6 次/年	1 个

## 2、监测方法及使用仪器

监测方法及使用仪器情况见下表。

表 13 排污单位周边环境质量监测监测方法及使用仪器一览表

序号	监测类别	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析及依据	方法检出限 mg/l	监测仪器名称 和型号
1	土壤	二氯甲烷	《土壤环境监测技术规范》 HJ/T166-2004	原样保存	《土壤和沉积物挥发性有机物的测定吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ 605-2011)	1.5ug/kg	气相色谱质谱联用仪
2	地下水	pH	地下水环境监测技术规范 HJ/T164-2004	4℃	玻璃电极法 GB/T5750.4-2006	/	pH 计
		氨氮		用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 酸化, pH1~2, 1~5℃	纳氏试剂分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.02	紫外可见分光光度计
		硝酸盐		1~5℃保存	紫外分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.02	离子色谱仪
		亚硝酸盐		原样保存	重氮偶合分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.001	紫外可见分光光度计
		氟化物		加 NaOH 到 pH≥9 1—5℃冷藏	异烟酸—吡唑啉酮分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.02	紫外可见分光光度计
		总硬度		1L 水样中加浓 HNO <sub>3</sub> 10ml 酸化	乙二胺四乙酸二钠滴定法 GB/T5750.4-2006	1.0	滴定管
		溶解性总固体		1—5℃冷藏	称量法 GB/T5750.4-2006	/	电热鼓风干燥箱分析天平
		耗氧量		1—5℃暗处冷藏	酸性高锰酸钾滴定法 GB/T5750.7-2006	0.05	滴定管
		硫酸盐		原样保存	铬酸钡分光光度法 (热法) GB/T5750.5-2006	5	离子色谱仪
		氯化物		原样保存	硝酸银容量法 GB/T5750.5-2006	1.0	离子色谱仪
二氯甲烷	加酸, pH<2, 4℃冷藏	吹扫-捕集/气相色谱-质谱法	2.6ug/kg	气相色谱质谱			



序号	监测类别	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析方法及依据	方法检出限 mg/l	监测仪器名称 和型号
							联用仪

## 四、自行监测质量控制

### （一）手工监测质量控制

1、 监测单位和人员要求：我单位自行监测工作委托山西华涵净环境检测有限公司完成，该单位经过山西省质量技术监督局组织的资质认定工作，资质认定证书的编号为 200412051106，有效期为 2020 年 6 月 30 日至 2026 年 6 月 29 日，2020 年 6 月 10 日在山西省生态环境厅备案。监测机构人员全部通过专业的考核后持证上岗。

2、 监测分析方法要求：采用国家标准方法、行业标准方法或国家生态环境部推荐方法。

3、 仪器要求：所有监测仪器、量具均经过质检部门检定合格并在有效期内使用，按规范定期校准。

4、 废气监测要求：按照《固定源废气监测技术规范》（HJ/T397-2007）、《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》（HJ/T373-2007）和《大气污染物无组织排放监测技术导则》（HJ/T55-2000）等相关标准及规范的要求进行。现场检测定点位电解法测定二氧化硫和氮氧化物时应当提前校准仪器。采集颗粒物时要加设现场空白滤筒（膜），采集的气态污染物时要选用合适的采样管、连

接管和滤料。采样管材质不吸收且不与待测污染物发生反应。按规范要求每次监测增加空白样、平行样。样品保存和运送期间要注意避光和控温。

5、水质监测分析要求：水样的采集、运输、保存、实验室分析和数据处理按照《污水监测技术规范》（HJ91.1-2019）等相关标准及规范的要求进行，按规范要求现场采样时增加空白样、平行样等质控措施。样品按照相关标准进行保存和交接流转。分析人员严格按照分析技术方法，定期进行标准曲线的绘制，确保分析数据科学准确。

6、样品需及时运送到实验室内进行有效的分析化验，在规定的期限内分析完毕。每批样品至少应做一个全程序空白样，实验室根据样品数量安排质控样、平行样和加标回收样品的测定。

7、噪声监测要求：布点、测量、气象条件按照《工业企业厂界环境噪声排放标准》（GB12348-2008）中的要求进行，声级计在测量前、后必须在测量现场进行声学校准。

8、记录报告要求：现场监测和实验室分析原始记录详细、准确、不得随意涂改。监测数据和报告经“三校”、“三审”。

## （二）自动监测质量控制

1、运维要求：我公司自行负责运行和维护。

2、废水污染物自动监测要求：按照《水污染源在线监测系统（COD<sub>Cr</sub>、NH<sub>3</sub>-N 等）运行技术规范》（HJ355-2019）和《水污染源在线监测系统（COD<sub>Cr</sub>、NH<sub>3</sub>-N 等）数据有效性判别技术规范》（HJ356-2019）对自动监测设备进行各类比对、校验和维护。

3、记录要求：自动监测设备运维记录、各类原始记录内容应完整并有相关人员签字，保存三年。

## 五、执行标准

各类污染物排放执行标准见下表。

表 14 污染物排放执行标准

污染源类型	序号	污染源名称	标准名称	监测项目	标准限值	标准来源	
固定源废气	1	8t/h 燃气锅炉	《锅炉大气污染物排放标准》 DB14/1929-2019 排放限值	颗粒物	5mg/m <sup>3</sup>	现行标准	
				二氧化硫	35mg/m <sup>3</sup>		
				氮氧化物	50mg/m <sup>3</sup>		
				林格曼黑度	林格曼黑度≤1级		
	2	各反应釜、过滤器、冷凝塔、干燥机等	《制药工业大气污染物排放标准》 (GB37823-2019)	NMHC	60mg/m <sup>3</sup>	环评要求执行标准	
				颗粒物	20mg/m <sup>3</sup>		
				HCl	30mg/m <sup>3</sup>		
				SO <sub>2</sub>	200mg/m <sup>3</sup>		
			《关于印发<山西省重点行业挥发性有机物(VOCs)2017专项治理方案>的通知》 (晋气防办[2017]32号)	甲醇	20mg/m <sup>3</sup>		
			《工作场所有害因素职业接触限值》 (GBZ2.1-2019)工作场所时间加权平均允许浓度限值要求	二氯甲烷	200mg/m <sup>3</sup>		
无组织废气	1	厂界	《制药工业大气污染物排放标准》 (GB37823-2019)	NMHC	2.0mg/m <sup>3</sup>	环评要求执行标准	
				《大气污染物综合排放标准》 (GB16297-1996)表2标准限值	颗粒物		1.0mg/m <sup>3</sup>
					SO <sub>2</sub>		0.4mg/m <sup>3</sup>
					甲醇		1.0mg/m <sup>3</sup>
		《关于印发<山西省重点行业挥发性有机物(VOCs)2017专项治理方案>的通知》 (晋气防办[2017]32号)	丙酮	1.0mg/m <sup>3</sup>			
废水	1	全厂污水总排放口	天瑞玉龙污水处理有限公司纳管水质标准要求	pH	6~9	天瑞玉龙污水处理有限公司协议标准	
				COD	≤500mg/L		
				BOD <sub>5</sub>	≤200mg/L		
				氨氮	≤45mg/L		
				总氮	≤55mg/L		
				总磷	≤8mg/L		
				SS	≤400mg/L		

污染源类型	序号	污染源名称	标准名称	监测项目	标准限值	标准来源
	2	雨水排放口	/	pH	/	/
				COD	/	
				氨氮	/	
厂界噪声	1	厂界 1#~8#点	《工业企业厂界环境噪声排放标准》 GB12348-2008 中 2 类标准	昼间：等效连续 A 声级	65dB (A)	环评要求执行标 准
				夜间：等效连续 A 声级	55dB (A)	

合同编号：HHJ-2022-067

# 环境监测合同书

项目名称：	山西诺成制药有限公司企业自行监测
委托方：（甲方）	山西诺成制药有限公司
受托方：（乙方）	山西华涵净环境检测有限公司
签署地点：	山西怀仁
签署时间：	2022年07月01日

本合同签约各方就本合同书所描述的环境检测技术服务内容、工作条件要求、费用支付、违约责任以及与之相关的技术和法律问题经过平等协商，在真实、充分地表达各自意愿的基础上，依据《中华人民共和国民法典》和国家有关检测技术规范的规定，达成如下协议，由签约各方共同恪守。

### 一、签约方

甲方：（委托方）：山西诺成制药有限公司

乙方：（受托方）：山西华涵净环境检测有限公司

二、检测技术服务项目：山西诺成制药有限公司企业自行监测

### 三、服务的内容、形式和要求：

#### 1、工作内容：

(1) 乙方按通过验收的甲方《自行监测项目环境监测方案》中有关检测内容与频次开展监测工作（含现场调查、现场采样、样品流转、样品分析及报告编写等全部内容），执行金额以如下检测项目汇总表为准：

监测类别	排放口	监测项目	点位	天数	频次	数据数量	采样分析单价（元）	采样分析总价（元）
有组织废气	8t/h 燃气锅炉 DA006	颗粒物	1	1	3	3	705	2115
		二氧化硫	1	1	3	3	660	1980
		氮氧化物	1	12	3	36	660	23760
		林格曼黑度	1	1	3	3	10	30
无组织废气	厂界	颗粒物	4	2	3	24	120	2880
废水	全厂废水总排口 DW001	总磷	1	12	3	36	75	2700
		总氮	1	12	3	36	95	3420
		悬浮物	1	4	3	12	60	720
		色度	1	4	3	12	20	240
		五日生化需氧量	1	4	3	12	105	1260
雨水	雨水排放口 YS001	pH	1	30	3	90	30	2700
		化学需氧量	1	30	3	90	60	5400
		氨氮	1	30	3	90	75	6750



		悬浮物	1	30	3	90	60	5400
噪声	厂界四周共布设8个噪声点	Leq (A)	8	4	2	64	240	15360
检测费用合计(元)		74715					折后价: 41100	
报告编制费(元)		每本200元	共30本			6000		
合计(元)			47100(不含人工差旅费)					
人工差旅费(元)			一次2000					
备注: 1. 以上为合同签订乙方报价单所列工作内容、频次、单价与总价, 为本合同的参考依据, 最终金额以实际检测项目及频次为准。 2. 本合同工作内容与监测频次执行依据: (1) 根据通过企业提供的《自行监测项目环境监测方案》; (2) 根据诺成制药实际运行情况来决定检测内容与频次。								

## 2、工作进度:

在甲方具备现场检测条件、提供检测所需资料给乙方后, 乙方在检测完成日期起 15 个工作日内(即每月)向甲方提交检测报告。

## 3、工作条件要求:

甲方需为乙方提供如下条件:

(1) 提供检测对象及服务项目相关资料、信息等, 包括: 项目基本情况, 检测项目的基本位置及厂区平面布置图。

(2) 提供检测服务所需工况、场地、设施、安全条件和其他工作条件。

(3) 提供正常开展检测所需的用电、用水等。

## 四、履行期限、地点和方式

本合同履行期限为 2022 年 07 月 01 日至 2023 年 06 月 30 日。

本合同履行方式: 乙方向甲方提供 12 次监测报告(按月提供), 每次一式 2 份。

## 五、双方的权力义务:

1、甲方按照检测要求提供相关资料, 并按合同约定的金额支付技术服务费用。

2、乙方对甲方的样品进行检测并出具检验报告, 按合同约定发送检验

报告、处理检毕样品。

3、甲方自取或委托他人代取检验报告，应当凭合同（原件）领取。若本合同遗失，可凭甲方介绍信及领取人个人身份证原件（用于出示）及复印件（乙方留存）领取检验报告。

4、甲方对检验报告有特殊要求的，需在检测开始前向乙方作出书面声明。

5、甲乙双方对合同内容的任何变更均须以书面方式进行。由签订本合同的甲乙双方代表共同签字确认后方为有效。合同变更生效后即按更改合同执行。

6、甲方不得利用检验报告进行非法活动，不得私自涂改、变造报告形式和内容。对由上述行为而造成的一切后果乙方均不承担任何法律责任，并保留追究责任的权利。

7、乙方作为具有独立法人资格的第三方公正权威检测机构，所出具的检验报告完全基于第三方公正立场，不受其它方面的干预和影响。乙方对现场调查、现场采样、样品流转、样品分析及报告编写等全部内容结果负责，对涉及甲方的技术秘密、商业秘密等均承诺予以严格保密，否则承担相应法律责任。

8、如遇有人力不可抗拒的因素造成工作延误，乙方不承担相应责任，工作时间顺延。

#### 六、验收的标准和方式：

技术服务的最终成果满足检测技术规范要求，并达到本合同第三项所列要求。

#### 七、报酬及其支付方式：

（一）本合同项目监测费以实际发生监测项目、频次计算支付金额。

（二）支付方式：

1. 按季度支付：乙方按月提供《监测报告》、按月提供《月度监测明细与价目表》和按月提供相关发票等资料后甲方 15 个工作日内支付完毕。

2. 所有付款乙方开具 6% 增值税发票。

(三) 甲方的付款应当付至乙方对公账户(即签署页所附即签署页所附中国建设银行股份有限公司临汾分行的账号),乙方不接受一切除对公账户之外的其他任何账户进行收款,如甲方未经乙方书面同意向非乙方对公账户支付监测款的行为,乙方不予承认,且由甲方自行承担相应后果。

#### 八、违约金或者损失赔偿的计算方法:

违反本合同约定,违约方应当按中华人民共和国民法典有关条例规定,承担违约责任。

1、甲方如不能按时支付乙方工作经费或提供资料造成工作延误,责任由甲方承担。

2、甲方若因生产负荷、检测条件不满足检测要求或工作人员不予配合等原因不能满足检测的要求从而拖延检测时间,由甲方负全部责任,并负责赔偿乙方检测人员误工费。

3、乙方除不可抗拒原因外不能按时提供检测报告,责任由乙方承担。

4、乙方每次到甲方现场采样均有采样记录,此记录需甲方技术人员签字确认(主要是采样时间、采样点、采样方法等基础信息进行双方确认)。如果因乙方未按照国家方法、标准在全年任何一次采检验样本的采样方法、样品流转、样品分析及报告编写等工作出现问题给甲方造成政府通报、处罚等后果由乙方负责。若甲方因工况不达标造成的数据不合理而造成政府、通报、处罚由甲方负责。

#### 九、争议的解决办法:

在合同履行过程中发生争议,双方应当协商解决;双方不愿协商或者协商不成,双方商定采用以下方式解决:

因本合同所发生任何争议,申请签署地劳动仲裁委员会仲裁;如劳动仲裁未达成谅解到签署地法院进行裁决。

#### 十、其它:

(一) 本合同未尽事宜,由甲、乙双方协商解决;

(二) 本合同经双方法人代表签字、单位盖章后生效;

(三) 本合同一式肆份,甲方执贰份,乙方执贰份。



签署生效页：

委托方	名称	山西诺成制药有限公司 (签章)		
	法定代表人	张润成	联系人	李建军
	联系人电话	13903526739		
	通讯地址	朔州怀仁市高新技术工业园区		
	开户银行	工行怀仁支行		
	帐号	0507047809200021438	行号	
受托方	名称	山西华涵净环境检测有限公司 (签章)		
	法定代表人	郭金平	联系人	郭金平
	联系人电话	18635787813		
	通讯地址	山西省临汾市尧庙镇同盛北路东侧中段办公楼 1-5 层		
	开户银行	中国建设银行股份有限公司临汾分行		
	帐号	1405 0171 8908 0000 1421	行号	105177016162
	客服电话	13453157102 / 03572108005		
备注				

